

Wolfgang Meußgeier

GUSSTECHNISCHE
VERSUCHE UND STRUKTURANALYSEN
AN EINER CO-CR-MO-
IMPLANTATLEGIERUNG

Diss München
1984

Aus der Klinik und Poliklinik für Kieferchirurgie
der Universität München
Direktor: Prof. Dr. Dr. D. Schlegel

GUSSTECHNISCHE VERSUCHE UND STRUKTURANALYSEN
AN EINER CO-CR-MO-IMPLANTATLEGIERUNG

Inaugural-Dissertation

zur Erlangung der Doktorwürde in der Zahnheilkunde
an der Ludwig-Maximilians-Universität zu München

vorgelegt von
Wolfgang Meußgeier
aus
Hof / Saale

München 1983

Mit Genehmigung der Medizinischen Fakultät
der Universität München

Berichterstatter: Prof. Dr. Dr. E. Dielert

Mitberichterstatter: Prof. Dr. Dr. D. Schlegel

Dekan: Prof. Dr. W. Spann

Tag der mündlichen Prüfung: 19.01.1984

DISSERTATIONS - UND FOTODRUCK FRANK GmbH
8000 München 2, Gabelsbergerstraße 15, Tel. 2809090

MEINER FRAU GEWIDMET

Inhaltsverzeichnis

- 1 Kritische Literaturübersicht
 - 1.1 Nichtrostender Stahl
 - 1.1.1 Die Wirkung des Kohlenstoffes und der Legierungselemente Chrom, Nickel und Molybdän in rostfreien Stählen
 - 1.2 Kobaltbasis-Legierungen
 - 1.2.1 Die Wirkung des Kohlenstoffes und der Legierungselemente auf Kobaltlegierungen
 - 1.2.2 Kobaltlegierungen für medizinische Anwendungen
 - 1.3 Titan, Zirkon, Tantal
- 2 Aufgabenstellung
- 3 Material und Methodik
 - 3.1 Werkstoff
 - 3.2 Untersuchungsgang
 - 3.3 Versuchsanordnung
 - 3.3.1 Gußvorrichtung
 - 3.3.2 Trockenschrank und Vorwärmeofen
 - 3.3.3 Meßsonde zur Bestimmung der Temperatur der Schmelze und der Abkühlgeschwindigkeit der Gußmuffeln
 - 3.3.4 Vorwärmeofen für das Thermoelement EL 18 (Eigenanfertigung)
 - 3.3.5 Linearschreiber zur Aufzeichnung der Temperatur der Muffeln während der Abkühlphase
 - 3.3.6 Abkühlvorrichtung (Eigenanfertigung)
 - 3.3.7 Abschrecken der Proben
 - 3.4 Herstellung der Gußproben
 - 3.5 Planung und Durchführung des Gußvorganges

- 3.5.1 Erstellung von Eichkurven zur Bestimmung der Temperatur der Schmelze in Abhängigkeit von der Aufheizzeit im Hochfrequenz-Wechselstromfeld
- 3.5.2 Gußbedingungen
 - 3.5.2.1 Gußbedingungen (Vorwärmtemperatur = 1100°C)
 - 3.5.2.2 Gußbedingungen (Abkühlbedingung allgemein 2,50 bar, H₂O/850°C)
- 4 Eigene metallurgische Untersuchungen
 - 4.1 Schliffpräparation
 - 4.2 Ätzen der Proben
 - 4.3 Vorbereitende Maßnahmen
 - 4.4 Untersuchungen mit dem Auflichtmikroskop
 - 4.4.1 Montage der Proben auf den Objektträgern des Mikroskops
 - 4.4.2 Kontrolle der präparierten Probenoberflächen
 - 4.4.3 Theoretische Grundlagen
 - 4.4.3.1 Metallstruktur
 - 4.4.3.2 Bestimmung struktureller Kenngrößen
 - 4.4.4 Fotografische Dokumentation
 - 4.4.5 Ergebnisse
- 5 Auswertung der Ergebnisse
- 6 Zusammenfassung

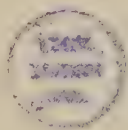
1 Kritische Literaturübersicht

Der Begriff "Stahl" wurde in der Implantologie kontinuierlich, dem jeweiligen Stand der Metallurgie entsprechend, benutzt. Von den hoch-Kohlenstoff-haltigen, unlegierten, verunreinigten Stählen mit und ohne Eisen wechselte er bis hin zu den eisenfreien Chrom- und Chrom-Nickel-Stählen.

Im Gegensatz hierzu ist die Orientierung heute relativ leicht, da - obwohl international nicht einheitlich - Körperschaften aller technologisch fortgeschrittenen Länder Spezifikationen bezüglich chemischer Zusammensetzung, Wärmebehandlung und mechanischer Eigenschaften von Legierungen für Sonderanwendungen publizieren. Diese sind jedoch miteinander vergleichbar.

In Deutschland werden bis heute die einzelnen Stähle nach DIN-Entwurf 17006 (1.10.1949) und durch die Werkstoffnummern des "Vereins Deutscher Eisenhüttenleute" (VDEh) in der "Stahleinsatzliste" festgelegt. Zum Beispiel "für den längeren oder gar dauernden Verbleib im Körper" die Stähle mit den Werkstoffnummern 1.4401 (DIN-Stahl-Formel: X5CrNiMo 18/10) und 1.4436 (DIN-Stahl-Formel: X5CrNiMo 18/12) (Tab. 1), sowie die Gußlegierung 2.4520 (DIN-Formel: CoCr28 Mo) und das "Vitallium" als entsprechender amerikanischer Werkstoff.

Die DIN-Bezeichnung gibt hier das direkte Chrom-Nickel-Verhältnis an und symbolisiert die wichtigsten, dem Eisen zulegierten Metalle. Das vorangestellte X bedeutet den Fortfall eines Multiplikationsfaktors für die Legierungselemente. Die erste Zahl der Formel gibt den Kohlenstoffgehalt in 1/100 % an. Es folgen die Symbole



für Chrom, Nickel und Molybdän. Die Zahlen 18/10 bzw. 18/12 bezeichnen die Gewichtsprozente von Chrom und Nickel. Der Molybdänanteil muß bei V4A-Stählen (Krupp-Bezeichnung) 2-2,5 % und bei V44A-Stählen 2,5-3 % betragen (Tab. 1).

Die USA benennen ihre Stähle nach AISI (American Iron and Steel Institute), England nach BS (British Standard), Frankreich nach AFNOR, Schweden nach SIS und Japan nach JIS.

1.1 Nichtrostender Stahl

"Stahl im einfachsten Sinn ist eine Lösung von C und Fe" (LAING 1959).

Zu Beginn dieses Jahrhunderts machten unabhängig voneinander Wissenschaftler der Chemisch-Physikalischen Versuchsanstalt der Krupp Werke und der englische Forscher BREARLY die Erfahrung, daß hochlegierte Chrom- und Chrom-Nickel-Stähle sehr korrosionsbeständig sind. 1919 bekam die Firma Krupp die Patente für die "Herstellung von künstlichen Ersatzteilen für das Innere des menschlichen oder tierischen Körpers, insbesondere Ersatzkauwerkzeuge aus nichtrostendem Stahl" (KRUPP) und die "Herstellung von Nadeln für ärztliche, insbesondere zahnärztliche Zwecke aus nicht-rostendem Stahl" (KRUPP). Über viele Jahre war der V2A-Stahl von Krupp in Deutschland das beherrschende Material in der Knochenchirurgie. Heute werden zur Osteosynthese korrosionsbeständigere Stähle angewendet. "Nicht-rostende Stähle sind Stahllegierungen, die der Zerstörung von der Oberfläche her unter bestimmten

Bedingungen hohen Widerstand entgegensetzen oder sie gar vermeidbar machen. Sie sind rostträge oder sogar rost- und säurebeständig" (KRUPP). "Ihre Korrosionswiderstandsfähigkeit verdanken sie dem Zusatz von verschiedenen Elementen, von denen jedes einzelne bestimmte Eigenschaften auf das Eisen überträgt" (LAING 1959).

1.1.1 Die Wirkung des Kohlenstoffes und der Legierungselemente Chrom, Nickel und Molybdän in rostfreien Stählen

Legierungen des Eisens mit anderen Metallen, wie z.B. Chrom, Nickel usw., bei einem Kohlenstoffgehalt unter 0,6 % gelten als Edelstähle.

Der Kohlenstoff erhöht die Festigkeit des Chrom-Nickel-Stahls, verringert aber gleichzeitig seine Widerstandsfähigkeit gegenüber interkristalliner Korrosion, d.h. "Korrosion entlang der Korngrenze" (DIN 50 900).

"Stähle mit einem C-Gehalt von weniger als 0,07 % bis 0,03 % sind kornzerfallbeständig" (DEW, TOFAUTE, RAPATZ 1962). Sie werden auch als ELC-Stähle (extra-low-carbon-Stähle) bezeichnet.

Bei einem Legierungsanteil des Chroms von mindestens 12 % bildet der Chromanteil einer Legierung durch Oxidation eine stabile geschlossene Passivschicht. Erst hierdurch wird die Legierung korrosionsresistent (DEW, KRUPP, UHLIG und MEARS, TOFAUTE, WINKLER u.a.).

Nickel stabilisiert in Chromstählen das austenitische Gefüge. Bei einem Legierungsanteil von über 10 % bleibt die austenitische Struktur auch bei Raumtemperatur stabil. Chrom und Nickel gehen in Lösung und bilden in

einem bestimmten Verhältnis die für das austenitische Gefüge typischen Mischkristalle. Sie sind erheblich korrosionsstabiler als die rein ferritischen Kristalle chromlegierter Stähle (WRIGHT und AXON 1956).

Molybdän erhöht zusätzlich die Passivierbarkeit des Chrom-Nickel-Stahles, indem es vor allem dem Angriff der Cl-Ionen und der organischen Säuren in Körperflüssigkeiten entgegenwirkt (SCALES und Mitarb. 1959, 1961).

Austenitische Stähle mit einem höheren Molybdänzusatz (Typ V4A) haben sich überlegen gezeigt und sollten nieder- oder nicht-Molybdän-legierten Stählen vorgezogen werden (STÖR, CAPENER, SCALES, WINTER und SHIRLEY, VENABLE und STUCK 1948, u.a.). Die Arbeitsgemeinschaft für Osteosynthesefragen erzielt mit dem Stahltyp AISI 316 zufriedenstellende Ergebnisse (Tab. 1).

Die Implantation eines Stahles sollte jedoch grundsätzlich nur befristet vorgenommen werden (STRAUMANN und STEINMANN, LAING 1959, RUNNE und MORITZ u.a.).

Werkstoff- nummer	Bezeichnung nach DIN 170006	C	Cr	Ni	Mo	DEW	KRUPP	AISI	Bs	Avesta (Schweden)
4401	X5 CrNiMo 18/10	0,06	17,5	11,5	2,3	1880 SSW	V4A supra	316	FMB (En.58J)	832 SV
4404	X2 CrNiMo 18/10	0,03	17,5	12,0	2,3	1880 SSEW	V4A supra	NK 316L		
4436	X5 CrNiMo 13/12	0,06	17,5	13,0	2,8	1810 SSW	V44A supra	316		832 SK
4435	X2 CrNiMo 18/12	0,03	17,5	14,0	2,8	1810 SSEW	V44A SNK	316L		

Tab. 1:

Chemische Zusammensetzung austenitischer, nichtrostender Stähle für medizinische Implantate

1.2 Kobaltbasis-Legierungen

Um 1930 wurde in den Austienal-Laboratorien in New York das "Vitallium" entwickelt. In den USA führt diese Kobaltlegierung die Bezeichnungen cast-vitallium, Stellite 21, Vinertia, Zimmalloy (LAING 1959). Die deutsche Kurzbezeichnung lautet CoCr28 Mo, die Werkstoffnummer 2.4520. Diese Legierung enthält 0,3-0,5 % C, 1,0 % Si, 1,0 % Mn, 26-30 % Cr, 4,5 % Mo, Rest Co, und wird in der Stahleinsatzliste für die Herstellung von Zahnprothesen und Knochennägeln empfohlen.

1.2.1 Die Wirkung des Kohlenstoffs und der Legierungselemente auf Kobaltlegierungen

Die Kobaltbasis-Legierungen sind gegenüber allen Arten der örtlichen Korrosion widerstandsfähiger als Cr-Ni-Mo-Stähle (SCALES und Mitarb. 1959, COHEN 1962). Kohlenstoff, ein Legierungselement bis zu 0,35 Gew.%, scheidet sich als Chromkarbid an den Korngrenzen primär ab. Hieraus resultiert eine Steigerung der Härte der Legierung.

Ein Siliziumanteil bis zu 1,0 % fördert die Materialfestigkeit; geringe Mangananteile erhöhen die Dehnung und wirken der Oxidbildung entgegen.

Chrom und Molybdän (Tab. 2) sind entscheidend für die günstige Korrosionsresistenz im passiven Zustand. Molybdänanteile von 5-7 % stabilisieren das Gefüge bei unterschiedlichen Gußbedingungen. Durch den hohen Schmelzpunkt dieses Elementes werden in großem Maße Kristallisationskeime angeboten. Dies fördert die Ausbildung einer feinkörnigen Struktur.

Kobalt, das Basismetall dieser praktisch eisenfreien Legierungen ist gegen Sauerstoff relativ unempfindlich und edler als Eisen. Hieraus resultiert selbst im aktiven Zustand eine Überlegenheit gegenüber den chemisch beständigen Stählen.

Nach SCALES, WINTER und SHIRLEY verdient das "Vitallium" (hier benannt als Vertreter der Kobaltbasis-Legierungen), besonders bei permanenter Implantation, den Vorzug gegenüber den Edelstählen.

1.2.2 Kobaltlegierungen für medizinische Anwendungen

Heute werden von verschiedenen internationalen Herstellern entsprechende Legierungen angeboten (siehe Tab. 2).

Chemische Zusammensetzung in Gew. %

Bezeichnung	Co	Cr	Ni	Mo	C	Si	Mn	Fe	Sonstige
Wironium	64,00	28,00	-	6,00	-	1,00	1,00	-	
Wironit	66,00	27,00	-	5,00	-	1,00	1,00	-	P 0,009
Frankobal S	62,67	27,33	2,04	5,56	0,26	0,77	0,77	0,58	P 0,007
Nobilium	65,00	28,00	0,10	5,00	0,40	0,05	0,10	0,50	
Vitalium	62,50	30,80	-	5,10	0,40	0,30	0,50	0,70	
Wisil	66,20	27,00	-	4,50	0,35	0,40	1,00	0,50	
Remanium GM 380	63,10	30,00	-	4,50	0,60	0,50	0,30	1,00	

Tab. 2:

Chemische Zusammensetzung der Kobaltbasis-Gußlegierungen für medizinische Implantate

Entsprechend der ASTM-Norm F54-T ist bestimmten Legierungen zur Herstellung von Allenthesen der Vorzug zu geben (Tab. 3).

Im Gegensatz zu den Cr-Ni-Mo-Stählen werden diese Legierungen meist im Gußverfahren verarbeitet. Die außerordentliche Leichtflüssigkeit dieser Werkstoffgruppe mit kubisch-flächenzentrierter Struktur, erlaubt in Verbindung mit der Gußtechnik die Herstellung von Implantaten mit einer Maßhaltigkeit von $\pm 0,05$ mm (SWANSON und FREEMAN 1977). Die Festigkeit dieser Legierungen entspricht etwa der der rostfreien Stähle (LAING 1959).

1.3 Titan, Zirkon, Tantal

Titan und Zirkon zählen ebenso wie Tantal zu den in hohem Maße korrosionsbeständigen Allenthesenmaterialien. Jedoch können bei diesen Metallen die mechanischen Festigkeitswerte nicht in allen Belangen als zufriedenstellend bezeichnet werden (LAING 1959). Ferner stellt, unter dem Gesichtspunkt der Wirtschaftlichkeit, der hohe Preis dieser Rohmaterialien einen gravierenden Nachteil dar.

Durch legierungstechnische Maßnahmen wird versucht, die Festigkeitswerte zu verbessern, was jedoch mit einer Verschlechterung der Korrosionseigenschaften verknüpft sein dürfte. Legiertes Tantal zeichnet sich durch hohe Duktilität aus und findet dementsprechend heute vor allem bei der Herstellung von feinen Drahtmaterialien Verwendung.

Chemische Zusammensetzung in Gew. %

	Cr	Mo	Ni	Fe	C	Si	Mn	Co
ASTM-Norm F54-T	27,0-30,0	5,0-7,0	2,5 max.	0,75 max.	0,35 max.	1,0 max.	1,0 max.	Rest

Tab. 3:

Spezifikation nach ASTM-Norm F54-T (American Society for Testing and Materials) für chirurgische Implantate aus Kobalt-Chrom-Molybdän-Gußlegierungen

2. Aufgabenstellung

Trotz intensiver Bemühungen ist es bisher nicht gelungen, metallische Werkstoffe zu entwickeln, die auch nach Formgebung und Oberflächenbearbeitung eine, immer den Anforderungen entsprechende, Korrosionsresistenz aufweisen. Ein besonderer Problempunkt ist in der Verformung von vorgefertigten Teilen zum Zweck der Adaption und den damit verbundenen Oberflächen- und Strukturverschlechterungen zu sehen. Die hieraus entstehenden Schwierigkeiten stellen sich dar in Form zerstörter Passivschichten, daraus resultierender Lochfraßkorrosion, eventuell damit verbundenen Materialbrüchen und dem weiten Bereich unerwünschter Gewebereaktionen. (FRANK, ZITTER 1971, RAPATZ 1962, TOFAUTE 1962, DIELEERT 1981)

Es erscheint somit vorteilhafter, individuell und komplex geformte Implantate nicht intra operationem durch Individualisierung aus industriell-präformativ gefertigten Teilen zu erstellen, sondern schon vor der im allgemeinen notwendigen Vergütung durch Homogenisieren gewissermaßen "maßzufertigen". Da eine dem Guß vergleichbare Maßhaltigkeit und Modelltreue beim Schmieden nicht mit vertretbarem Kosten- und Zeitaufwand vereinbar sind, bietet sich, vereint mit schonender Behandlung der Gußlegierung, der Hochfrequenz-Schleuderguß an:

"Der Vergleich ... zeigt bei gleicher Vergrößerung die deutlich unterschiedlichen Korngrößen in 2 Implantaten" (industriell gefertigter Feinguß im Vergleich zum Rotationsschleuderguß; Anmerkung des Verfassers). "Aber auch innerhalb einer Probe weisen sie Differenzen auf" (industriell gefertigte Implantate). "Auf beiden Gefügebildern zeigen sich im Bereich der größten Porositätenanhäufung teilweise nicht angeätzte Korngrenzen. Das deutet auf unterschiedliche Wärmebehandlung oder Abkühlbedingungen hin ..."

Insbesondere im Hinblick auf die Korrosionsresistenz der Implantate wäre ein homogen kristallisiertes, gleichmäßig feinkörniges Gefüge ohne Gußstrukturreste und Porositäten wünschenswert" (DIELERT 1981).

"Die Häufigkeit von Schwindungslunkern und unterschiedliche Korngrenzen" (bei den von der Industrie angelieferten, im Feingußverfahren hergestellten Implantaten) "weisen jedoch darauf hin, daß sich durch geeignete Wärmebehandlung, Gußtechnik und Abkühlbedingungen bessere Ergebnisse erzielen lassen dürften" (DIELERT 1981).

FRANK und ZITTER wiesen 1971 nach, daß jeder Korrosionsvorgang in jedem Falle von der Oberfläche des Implantates ausgeht, die mit der umgebenden Gewebsflüssigkeit in Berührung steht. In vielen Fällen verläuft der Korrosionsangriff jedoch nicht gleichmäßig, sondern nur an bestimmten Stellen des Implantates. Eine solche örtliche Korrosion hat für das umgebende Gewebe meist geringere, für das Implantat selbst aber oft schwerwiegendere Folgen als ein ebenmäßiger Angriff (FRANK und ZITTER 1971).

Alle Formen von Porositäten, die Häufigkeit von Schwindungslunkern und die unterschiedlichen Korngrößen bei der Herstellung von Implantaten sollen vermieden werden, weil alle diese Punkte zu einer Aufhebung der elektrogenetischen Stabilität, und damit zu Orten verstärkter Korrosionsanfälligkeit führen (DIELERT 1981, 1983).

Die Aufgabe dieser Arbeit bestand somit darin, nach einem Schmelzumformverfahren zu suchen, das eine bessere Qualität der Gußobjekte garantiert als der industriell bisher angewendete "Feinguß". Hierzu sollten Gußmodalitäten erarbeitet werden, die der Erzielung oberflächlich porenarmer, homogener, feinkörniger und damit hochkorrosionsbeständiger Implantate dienen.

3 Material und Methodik

Zu den korrosionsbeständigsten Werkstoffen, die gleichzeitig genügende mechanische Festigkeitswerte aufweisen, zählen heute in der Knochenchirurgie die Kobaltbasis-Legierungen.

3.1 Werkstoff

Hergestellt wurden die Gußobjekte aus Wironium^R, einer CoCrMo-Legierung, die in allen Kriterien der Zusammensetzung den Ansprüchen der ASTM-Norm F54-T entspricht (Tab.4).

Diese Legierung entspricht der Klassifikation nach DIN CoCr28 Mo und trägt die Werkstoffnummer VDEh (Verein Deutscher Eisenhüttenleute) 2.4520.

3.2 Untersuchungsgang

"... Ein etwas feinkörnigeres Gefüge wäre erwünscht. Dies läßt sich über die Höhe der Gießtemperatur und die Abkühlbedingungen erreichen. Allgemein gilt, je höher die Überhitzung und je langsamer die Abkühlung, desto gröber das Korn" (DIELERT 1981).

Dementsprechend wurde folgender Untersuchungsgang gewählt:

- 1) Änderung der Temperatur der Schmelze zum Zeitpunkt des Gusses.
- 2) Unterschiedliche Abkühlbedingungen der gleichartig gegossenen Gußmuffeln.
- 3) Variation der Vorwärmtemperatur und der Temperatur der Schmelze bei gleichbleibender Abkühlbedingung.

ASTM-Norm F54-T

Cr	Mo	Ni	Fe	C	Si	Mn	Co
----	----	----	----	---	----	----	----

27,0-30,0 5,0-7,0 2,5 max. 0,75 max. 0,35 max. 1,0 max. 1,0 max. Rest

Chemische Zusammensetzung in Gew.%

Wironium^R

Cr	Mo	Ni	Fe	C	Si	Mn	Co
----	----	----	----	---	----	----	----

28,0 6,0 - - - 1,0 1,0 64,0

Chemische Zusammensetzung in Gew.%

Tab. 4:

Vergleich der chemischen Zusammensetzung (in Gew.%) von Wironium^R mit der ASTM-Norm F54-T

3.3 Versuchsanordnung

Eine maßgebliche Voraussetzung für die Reproduzierbarkeit der Ergebnisse ist eine genau festgelegte Versuchsanordnung.

3.3.1 Gußvorrichtung

Elektronische Schmelzapparatur Mod.61/A der Firma
ASEG Galloni

elektrische Leistung 5 kVA

Generatorfrequenz 1,2-1,5 MHz

Induktionsspule wassergekühlt

Schutzgasdurchfluß 1-1,5 l/min

Schutzgas: Argon

Durch ein hinter dem Tiegel bis über seinen Rand ragendes Rohr wird Argon als Schutzgas über die schmelzende Legierung geblasen. Im Versuch eingestellte Durchflußmenge 1,5 l/min.

Laut Empfehlung des Herstellers wurde ein Voltmeter zur Kontrolle einer einheitlichen Versorgungsspannung beim Schmelzen installiert.

Das an der Hochfrequenz-Gußapparatur angebaute photoelektrische Pyrometer erwies sich als unzulänglich. Bei Voruntersuchungen löste die Automatik, bei gleicher vorgegebener Empfindlichkeitseinstellung, die Schleuder sowohl bei Temperaturen unter dem Liquiduspunkt als auch bei Temperaturen bis zu 300°C über Liquidus aus.

3.3.2 Trockenschrank und Vorwärmeofen (handelsübliche Geräte der Dentalindustrie)

Trockenschrank Typ: MIHM-Vogt & Co., Typ TS

Vorwärmeofen Typ: MIHM-Vogt & Co., Typ GLD

Die Temperaturmessung erfolgte bei beiden über serienmäßig eingebaute Thermometer.

3.3.3 Meßsonde zur Bestimmung der Temperatur der Schmelze und der Abkühlgeschwindigkeit der Gußmuffeln

Verwendung fand ein PtRh-Pt-Thermoelement, Typ EL 18 der Firma Heraeus, ein ovaler Keramikstab, größter Durchmesser 5 mm, mit zwei in Längsrichtung parallel angeordneten Kanälen zur isolierten Aufnahme der beiden Meßdrähte (1x Platin-Rhodium, 1x Platin). Diese treten an die Spitze der Sonde aus der Isolierung aus und sind durch Lichtbogenschweißung kugelförmig miteinander verschmolzen.

In der Kontaktzone der beiden Elementkomponenten wird mit steigender Temperatur ein Strom zunehmender Spannung erzeugt. Durch Verwendung einer geeigneten Linearisierungselektronik läßt sich durch einfache Faktorumrechnung die gemessene Temperatur ermitteln. Im speziellen Fall wurde zu diesem Zweck ein digitales Anzeigegerät der Firma Philips, das über eine eingebaute, elektrisch auf konstante Temperatur geheizte Vergleichsstelle die gemessene Wärme direkt in °C anzeigte, verwendet (Spezialanfertigung der Bundeswehrhochschule in Neubiberg, München). Um Kosten zu sparen, war das Anzeigegerät über eine passende Ausgleichsleitung mit den Drähten des Thermoelementes verbunden. Da diese Leitung bis etwa 280°C gleiches

Verhalten wie die Elementmaterialien aufweist, und durch gegengesetzte Polung an den Klemmstellen die Wirkung von weiteren Thermoelementen umgangen wurde, konnte bei den Versuchen die Temperatur direkt abgelesen werden. Ein in das Meßgerät eingebauter Linearisierungszusatz ermöglichte die unmittelbare Ansteuerung eines Linearschreibers..

Da sich bei der nachfolgend geschilderten Eichung der Schmelzapparatur durch Kontakt des flüssigen Metalls mit der blanken Oberfläche der Thermoelementspitze zwangsläufig ein Kurzschluß ergeben hätte, mußten die verschmolzenen Drahtelemente durch Einbettung in eine feuerfeste Masse (beim Versuch wurde Modellguß-Einbettmasse verwendet) geschützt werden. Die Schichtdicke wurde so gering gehalten, daß eine ungleichmäßige Durchwärmung auszuschließen war.

3.3.4 Vorwärmofen für das Thermoelement EL 18 (Eigenanfertigung) (Abb. 1)

Die Messung der Abkühlgeschwindigkeit der Gußmuffeln wurde ebenso mit dem Thermoelement EL 18 durchgeführt. Um die Differenz zwischen zu messender Muffeltemperatur und momentaner Temperatur der Meßsonde (z.B. Raumtemperatur) möglichst klein zu halten, wurde der Temperaturfühler in einem speziell dafür angefertigten Röhrenofen vorgeheizt. Dieser ermöglichte durch gestaffelte Wicklungsdichte die Wahl unterschiedlicher Wärmezonen (ca. 600°C - 900°C). Durch diese Maßnahme war es möglich, die Ansprechzeit der Temperaturmeßvorrichtung auf ein Minimum zu reduzieren.

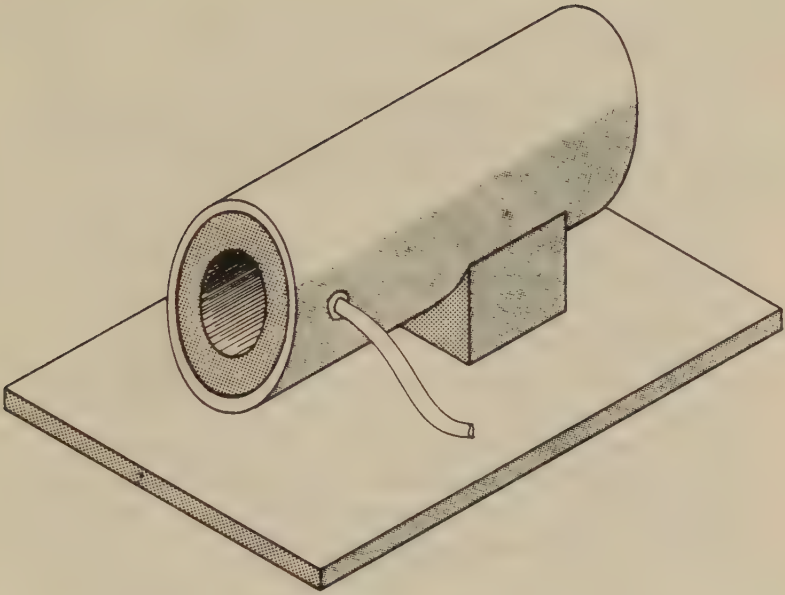


Abb. 1 Darstellung des Röhrenofens zur Aufheizung
des Thermoelementes EL 18

3.3.5 Linearschreiber zur Aufzeichnung der Temperatur der Muffeln während der Abkühlphase

Verwendung fand ein Linearschreiber der Firma Philips, Typ PM 8222. Dieser gab die Temperatur nicht direkt wieder, sondern registrierte die vom Thermoelement erzeugte Spannung. (Die Umrechnungstabelle für das Thermoelement EL 18 von der Firma Heraeus erlaubt die Bestimmung der Temperatur in Grad Celsius.)

3.3.6 Abkühlvorrichtung (Eigenanfertigung)

Zur beschleunigten Abkühlung der Gußformen im Preßluftstrom unterschiedlicher Strömungsgeschwindigkeit wurde ein Druckluftgebläse-Ring entsprechend Abb. 2 angefertigt. Dessen Form war derart gewählt, daß sich zur hineingestellten Muffel nur ein geringfügiger Spalt ergab. Durch diese Maßnahme war eine reproduzierbare Position der Gußmuffel gewährleistet. Als feuerfeste Unterlage fand eine Schamotteplatte Verwendung. Die Strömungsgeschwindigkeit der Kühlluft wurde, um unnötigen meßtechnischen Aufwand zu vermeiden, über den Speisedruck der Abkühlvorrichtung in Kombination mit planmäßig exakter Festlegung ihrer fertigungstechnischen Abmessungen definiert. Zur Einstellung des Versorgungsdruckes kam ein handelsüblicher Preßluftregler zum Einsatz, der unmittelbar am Anschlußstutzen des Kühlringes montiert wurde, um Strömungswiderstände in der Versorgungsleitung meßtechnisch auszuklammern. Der Versorgungsdruck der Kompressoranlage lag weit über dem Einspeisewert. Schaltintervallbedingte Einflüsse bezüglich der ausströmenden Luftmenge pro Zeit waren auf diese Weise ausgeschlossen.

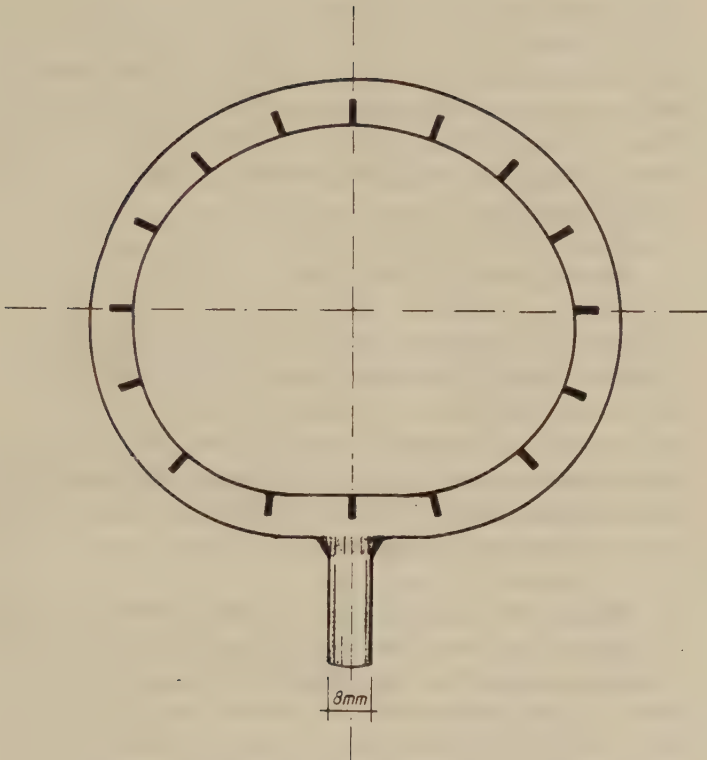


Abb. 2 Maßstabsgerechte Darstellung des Kühlringes
im Verhältnis 1:1
(16 Schlitze von waagrecht innen bis vertikal
nach oben)

Die angegebenen Werte (1,25 bar und 2,50 bar) zur
Festlegung der äußeren Abkühlbeschleunigung geben
den strömungstechnisch bedingten Staudruck der
Vorrichtung an.

3.3.7 Abschrecken der Proben

Das Abschrecken der Proben erfolgte in einem wasser-gefüllten Steinbecken (Volumen 60 x 40 x 30 cm; dementsprechend geringer Aufheizeffekt). Durch permanenten Wasserfluß wurde eine gleichbleibende Temperatur von 12°C-13°C erzielt.

3.4 Herstellung der Gußproben

Die in der Zahntechnik übliche "lost-wax-Technik" ("Gußtechnik der verlorenen Form") bietet sich zur Herstellung gegossener Allenthesenwerkstücke an. Ein individuell geformter Primärkörper aus rückstandslos verbrennbarem Material (Gußwachse, diverse Kunststoffe; reine Kohlenwasserstoffe) dient hierbei als Einbettobjekt zur Fertigung einer feuerfesten Gußform.

Die Modelle für die zu untersuchenden Gußstücke wurden aus 1 mm dicker Polyäthylenfolie in der Größe 20 mm x 10 mm ausgeschnitten. Mit besonderer Sorgfalt war auf exakt gleiche Abmessungen zu achten, um Einflüsse beim Gießen durch unterschiedliche Volumina auszuschließen. Da im Rahmen der Erstarrungskontraktion bei Gußobjekten mit Lunkerbildung zu rechnen ist, wurde der Gußkanal so dick gewählt, daß eine Nachspeisung mit noch flüssiger Schmelze zum Ausgleich der Volumendifferenz sichergestellt war. Die Formgebung des 4 mm starken zylindrischen Gußwachsdrahtes erfolgte derart, daß ein Ausfließen der Gußhohlform

mit geringstmöglichem Strömungswiderstand unter Erzielung einer maximalen Drucksäule verflüssigten Metalls gewährleistet war. Das Einströmen der Schmelze erfolgte beim Guß in der Diagonalen der Platine.

Zur Sicherstellung einer präzisen Wiedergabe der Oberfläche des Primärkörpers durch die Einbettmasse fand die vom Hersteller der Gußlegierung angebotene Feineinbettmasse mit Netzmittelzusatz Verwendung.

Lage und Anordnung von Platinen und Gußkanal in der Muffel sind aus Abb. 3 und Abb. 4 ersichtlich.

Der flächenhafte Abstand der 3 Platinen zu jener Oberfläche der Gußmuffel, die beim Schleuderguß der anströmenden Luft ausgesetzt ist, betrug einheitlich 10 mm. Der oberste Punkt der Gußobjekte war ca. 4 mm von der oberen Muffelfläche entfernt. Zusätzlich wurde durch Einbetten eines zylindrischen Wachsdrahtes ($\varnothing$ 7 mm) im gleichen Abstand von der Oberfläche ein Schacht zur Aufnahme der Temperaturmeßsonde geschaffen.

Diese Anordnung gewährleistet eine rasche, gerichtete, exogene Erstarrung mit Verlauf in Richtung thermisches Zentrum. Hierbei erstarren die Bereiche Gußobjekt, Gußkanal, Gußkegel in genannter Reihenfolge.

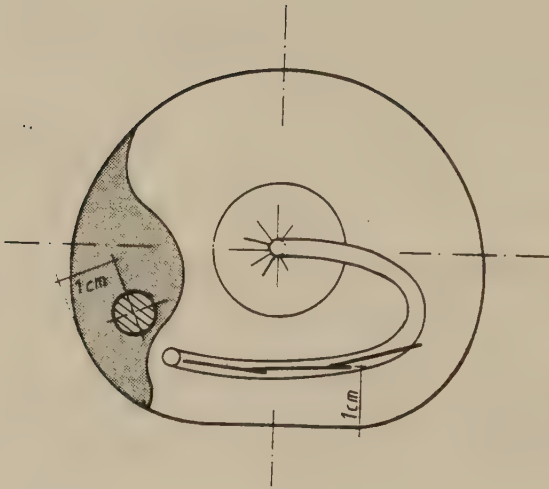


Abb. 3 Horizontaler Schnitt durch die Gußmuffel;
 Anordnung des Gußkanals ($\varnothing$ 4 mm)
 Lage der Platinen zur Wandung der Gußmuffel
 (Abstand 1 cm)
 Lage des Schachtes zum Einbringen des
 Thermofühlers

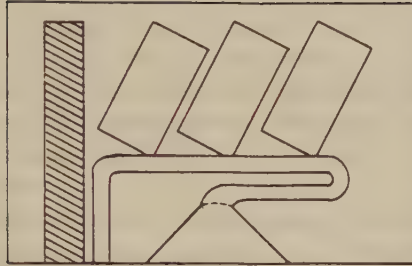


Abb. 4 Darstellung der Platinenanordnung am Gußkanal in Seitenansicht

Da auf Grund dieser Maßnahme alle Prüfkörper außerhalb des Wärmezentrums der Gußform erstarren, ist eine Schmelzreserve für die zuerst erstarrenden Objekte gesichert.

Das Einbetten der Platinen erfolgte mit Plastikmanschetten unter Verwendung von "Gußtrichterformern mit Reservoir" (Fa. Bego).

Da der Schmelzpunkt der Implantatlegierung bei 1350°C liegt und die Erstarrungs-, Abkühlungskontraktion 2,4 Volumen% (DIELERT 1981) beträgt, muß eine ausreichend feuerfeste Einbettmasse mit einer entsprechenden thermischen Expansion (Kompensation) gewählt werden.

Nach dem Erstarren der Äthyl-Silikat-Einbettmasse wurde der Muffelformer (Küvette) entfernt, um zu gewährleisten, daß sie während des Aushärtens und Vorwärmens ungehindert expandieren kann (EICHNER 1974).

Nach dem vollständigen Abbinden und Vortrocknen (ca. 1 Stunde) bei Raumtemperatur wurden die Einbettmassenmodelle für 60 Minuten zum Austrocknen und Austreiben der Wachsanteile in einen auf 250°C aufgeheizten Trockenschrank gestellt. Nach anschließendem Umsetzen in den Vorwärmeofen wurde mit einer Steigerung von 5°C/min (FUCHS 1981, Vortrag von ZM PFANNENSTIEL 1982) bis auf 1100°C vorgewärmt, bei den Proben 21 bis 32 die Vorwärmtemperatur zwischen 800°C und 1050°C variiert.

Der Guß der Prüfkörper erfolgte nach der Inducast-Methode mit einer elektronischen Hochfrequenzschleuder unter Schutzgasatmosphäre (Argon). Bei dieser Hochfrequenz-Schleudereinrichtung wird die zum Verflüssigen des Metalls notwendige Wärme direkt im Gußmetall selbst erzeugt. Durch einen Hochfrequenzstrom (Wechselstrom mit hoher Schwingungszahl) wird in dem in einem Tiegel liegenden Schmelzgut induktiv ein ebenfalls ständig die Richtung wechselnder Strom (Wirbelstrom) erzeugt. Durch seinen elektrischen Widerstand erhitzt sich das Metall sehr schnell und gleichmäßig. Die auftretenden Wirbelströme führen zu einer innigen Durchmischung der Schmelze. Nach Erreichen der (über die Zeit vorgewählten) Temperatur wird die Zentrifuge in Bewegung gesetzt.

Das Schutzgas Argon wurde, mit Hilfe eines Durchflußmessers geregelt, bei niedrigem Druck in einer Menge von 1,5 Liter pro Minute über die schmelzende Legierung geführt. Im Gegensatz zur Schmelzung mit Lichtbogen oder Sauerstoffgebläse bietet dieses Verfahren ideale Sicherung gegen Oxidation, Aufkohlung und Verschmutzung. Damit können die einwandfreien metallurgischen und mechanischen Eigenschaften der CoCrMo-Ausgangslegierung erhalten bleiben.

Nach dem Guß erfolgte die Abkühlung der Muffeln unter

- a) Konvektion
- b) Preßluftstrom 1,25 bar
- c) Preßluftstrom 2,50 bar
- d) Preßluftstrom 2,50 bar bis 850°C,
dann Abschrecken im Wasserbad.

Die Gußformen wurden jeweils 25 Sekunden nach Auslösen der Schleudervorrichtung den zugeordneten Abkühlbedingungen ausgesetzt.

Dem Ausbetten schloß sich die Säuberung der Objekte mittels Sandstrahlgebläse an. Das Abtrennen der Gußstifte mit Handstück und Spezialtrennscheiben erfolgte unter ständiger Wasserspraykühlung, um Gefügeänderungen durch Wärmeeinfluß auszuschließen. Es folgte das Bearbeiten der Proben mit Siliziumkarbid-Papier, sowie die Vor- und Feinpolitur.

3.5 Planung und Durchführung des Gußvorganges

Da sich die serienmäßig installierte fotoelektrische Auslösevorrichtung der Hochfrequenzschleuder, auf Grund starker Abweichungen vom eingestellten Auslösepunkt, als unzureichend exakt erwies, galt es zur Gewährleistung der Reproduzierbarkeit eine universelle nicht Gerätetyp-gebundene Festlegung des Aufschmelzvorganges zu finden.

Die Steuerung des Gußvorganges durch Temperaturmessung mit Hilfe eines Thermoelementes in der Schmelze erschien auf Grund folgender Problematik als nicht praktikabel:

- a) die Ableitung der Meßwerte vom rotierenden Teil der Schleuder gefährdet die Meßsonde (Zentrifugalbelastung);
- b) Schleifkontakte bringen Probleme bezüglich der Kontinuität der Datenübermittlung;
- c) drahtlose Informationsübermittlung scheidet aus, da dieses in unmittelbarer Nähe eines Hochfrequenzfeldes mit ca. 5 kVA nicht mit vertretbarem Aufwand möglich ist;
- d) ein fest angebrachtes Thermoelement im Schmelztiegel stellt im Moment des Gusses ein unerwünschtes Strömungshindernis dar und gefährdet somit das Gußergebnis;
- e) die zurückbleibenden Schlackenreste würden Thermoelement und Tiegel miteinander verbacken. Eine vollständige Reinigung wäre ohne Zerstörung des Fühlers nicht möglich; dies hätte Verunreinigungen bei den nachfolgenden Güssen zur Folge.

Im Rahmen diverser Vorversuche ergab sich als Lösung des Problems:

Bei mehrfachem Aufschmelzen gleicher Mengen frischen Metalls fiel die zeitliche Gleichförmigkeit dieses Vorganges auf. Deshalb wurden wiederholt, unter Zuhilfenahme der Temperaturmeßvorrichtung und des Linear-schreibers, Aufheizdiagramme erstellt.

Die nur geringfügig abweichenden Kurvenverläufe machten die rechnerische Konstruktion einer Eichkurve durch Mittelwertbildung möglich. Somit war der Weg eröffnet, über die Messung der Einwirkzeit des Hochfrequenzfeldes eine Aussage über die momentan im Schmelzgut anzunehmende Temperatur machen zu können.

Zur endgültigen Erfassung der Eichkurvenwerte erfolgten weitere acht Wiederholungen unter Berücksichtigung aller äußeren Einflüsse, die als potentielle Fehlerquellen denkbar waren:

- 1) Menge des Schmelzgutes:
exaktes Auswägen von jeweils gleicher Menge Metall.
- 2) Anordnung des Schmelzgutes im Tiegel:
jedes Mal gleiche räumliche Anordnung der Würfel.

In diesem Zusammenhang sei auf folgendes verwiesen:
Die Verwendung der Legierung in Form kleiner Kugeln würde eine gleichbleibende räumliche Anordnung im Gußtiegel erzwingen (Prinzip der dichtesten Kugelpackung).

Durch diese Maßnahme wären Unregelmäßigkeiten der Durchwärmung, die durch unterschiedliche Lage des Rohmetalles im Feld verursacht werden, auszu-schließen.

- 3) Kontrolle der Netzspannung auf Übereinstimmung mit dem Sollwert von 220 V.
 - 4) Kontrolle der Netzfrequenz auf Einhaltung des Sollwertes von 50 Hz.
 - 5) Die Schleuder wurde vor Benutzung im Rahmen einer Kundendienstwartung überprüft und eingestellt, um während des gesamten Versuchseinsatzes gleichbleibende Arbeitsweise zu gewährleisten. Es galt vor allem Reparaturen während des Untersuchungsprogramms zu vermeiden, da technische Änderungen meist mit veränderter Leistungsabgabe des Hochfrequenz-Teiles verbunden sind.
 - 6) Beginn des erneuten Aufheizvorganges jeweils erst nach vollständiger Abkühlung des Schmelztiegels auf Umgebungstemperatur.
 - 7) Wärmeverluste durch Konvektion und Wärmestrahlung waren als gleichbleibend anzunehmen und wurden deshalb nicht berücksichtigt.
- 3.5.1 Erstellung von Eichkurven zur Bestimmung der Temperatur der Schmelze in Abhängigkeit von der Aufheizzeit im Hochfrequenz-Wechselstromfeld (Abb. 5, Tab. 5).

Aufheizzeit (sec)	1. Messung	2. Messung	3. Messung	4. Messung	5. Messung	6. Messung	7. Messung	8. Messung	Mittelwert
	°C	°C	°C	°C	°C	°C	°C	°C	
14	655	667	674	673	685	687	698	702	680
16	762	776	795	791	814	807	818	813	797
18	884	900	896	918	941	916	927	927	913
20	995	1018	1021	1047	1061	1030	1051	1040	1033
22	1085	1101	1098	1127	1144	1122	1137	1127	1118
24	1178	1178	1174	1197	1227	1197	1207	1201	1195
26	1219	1238	1225	1254	1279	1259	1277	1263	1252
28	1258	1283	1275	1305	1320	1302	1314	1316	1297
30	1319	1338	1334	1350	1365	1359	1365	1357	1348
32	1378	1398	1389	1408	1403	1402	1407	1399	1398
34	1459	1459	1446	1468	1487	1458	1460	1466	1463
36	1530	1531	1527	1542	1550	1534	1535	1549	1537
38	1588	1595	1575	1607	1590	1587	1598	1598	1592
40	1635	1642	1642	1649	1645	1645	1655	1657	1646
42	1674	1695	1689	1699	1697	1697	1694	1698	1693

Tab. 5: Werte zur Ermittlung der Eichkurve

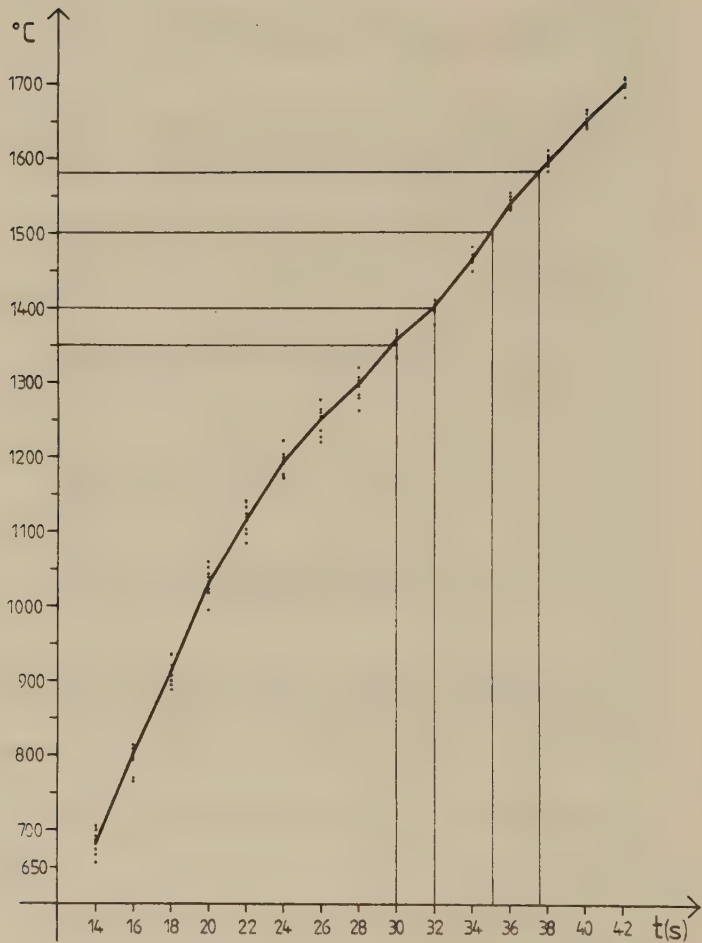


Abb. 5: Graphische Darstellung der Werte aus Tab. 5 und ermittelte Eichkurve

Resultierende Sollzeiten für die Auslösung des
Gußvorganges; (in Sekunden nach Beginn der Aufheizung)

30 sec / 1348°C

32 sec / 1398°C

35 sec / 1500°C

37,5 sec / 1577°C

Entsprechend den Richtzeiten, die der Eichkurve entnommen wurden, löste eine elektrische Laborschaltuhr (Hauck Polychron) den Schleudervorgang aus.

3.5.2 Gußbedingungen

Die Versuche wurden in zwei Gruppen durchgeführt. In der ersten wurde die Vorwärmtemperatur der Muffeln allgemein gleich 1100°C gewählt. Die Güsse der zweiten Gruppe erfolgten in unterschiedlich hoch vorgewärmte Gußformen.

3.5.2.1 Gußbedingungen (Vorwärmtemperatur = 1100°C)

Temperatur der Schmelze (°C)	Abkühlbedingung	Probe Nr.
1350	Konvektion	5
1350	1,25 bar	6
1350	2,50 bar	7
1350	2,50 bar/H ₂ O(850°C)	8
1400	Konvektion	9
1400	1,25 bar	10
1400	2,50 bar	11
1400	2,50 bar/H ₂ O(850°C)	12
1500	Konvektion	13
1500	1,25 bar	14
1500	2,50 bar	15
1500	2,50 bar/H ₂ O(850°C)	16
1575	Konvektion	17
1575	1,25 bar	18
1575	2,50 bar	19
1575	2,50 bar/H ₂ O(850°C)	20

Tab. 6: Gußbedingungen (Vorwärmtemperatur 1100°C)

Zu 3.5.2.1

Wahl der Gußtemperatur der Schmelze bei gleichbleibender Vorwärmtemperatur von 1100°C:

1350°C: Guß unmittelbar nach Verflüssigung des Schmelzgutes

1400°C: vom Hersteller empfohlene Gießtemperatur

1500°C: Temperatur mittelmäßig überhitzter Schmelze

1575°C: stark überhitzte Schmelze; Beginn massiver Funkenentwicklung

Muffelabkühlbedingungen:

Konvektion: in der Zahntechnik übliche Verfahrensweise

1,25 bar: beschleunigte Abkühlung im Preßluftstrom

2,50 bar: beschleunigte Abkühlung im Preßluftstrom

2,50 bar/H₂O(850°C): beschleunigte Abkühlung im Preßluftstrom mit Abschrecken im Wasserbad nach Erreichen einer Temperatur der Muffel von 850°C.

3.5.2.2 Gußbedingungen (Abkühlbedingung allgemein 2,50 bar $H_2O/850^\circ C$)

($^\circ C$) Vorwärmtemperatur	Temperatur der Schmelze ($^\circ C$)	Probe Nr.
1050	1350	21
800	1500	22
850	1400	23
850	1500	24
900	1350	25
900	1500	26
900	1400	27
950	1350	28
950	1400	29
950	1500	30
1000	1350	31
1000	1400	32

Tab. 7: Gußbedingungen (Abkühlbedingungen allgemein
2,50 bar $H_2O/850^\circ C$)

Zu 3.5.2.2

Kombination der Gußtemperaturen $1350^\circ C$, $1400^\circ C$ und $1500^\circ C$ mit unterschiedlichen Vorwärmtemperaturen, entsprechend Tabelle 7. Nach 10 Sekunden Rotation wurde die Gußvorrichtung durch Abbremsen zum Stillstand gebracht. Die Gußmuffel wurde sofort aus der Schleuder entnommen und nachdem der vorbeheizte Temperaturfühler in die Meßöffnung eingeführt war, unverzüglich den jeweiligen Abkühlbedingungen ausgesetzt.

Der Linearschreiber zeichnete hierbei den Temperaturverlauf kontinuierlich auf.

(Zum Abschrecken in Wasser mußte das Thermoelement entnommen werden.)

4 Eigene metallurgische Untersuchungen

Die metallographische Prüfung befaßt sich mit der Herstellung von Metall-Schliffbildern, um aus ihnen Aufschlüsse über das Gefüge zu erhalten.

4.1 Schliffpräparation

Zur besseren Handhabung bei der weiteren Bearbeitung und um Verformungen der Platinen zu vermeiden, mußten diese in die Oberfläche von Epoxyharz-Blöcken eingegossen werden. Die Prüfkörper wurden anschließend mit Siliziumkarbid-Papier laut nachstehender Tabelle (Tab. 8) auf rotierenden Plantellern unter Wasserkühlung oberflächenbehandelt.

Fepa-Papierbezeichnung (Maschen/Zoll)	220	320	500	800	1000	1200
Mittlere Korngröße in mm	65	46	30	21,8	18,3	15,1

Tab. 8: Zusammenhang zwischen Papierbezeichnung und mittlerer Korngröße in mm

Vor- und Feinpolitur erfolgten mit Diamantschleifpasten (Diamond Polishing Compound) auf rotierenden, anfangs mit Leinen, später mit Samt beschichteten Plantellern bei einer Drehzahl von 250 Umdrehungen pro Minute unter Alkoholschmierung (DP-Lubrikant blau) (Tab. 9).

Schlußpolitur erfolgte im Vibrationspolierautomaten auf Samttuch und "Wirtz Nr. 3" (Tonerde).

Vorpolieren:

15 mm Diamantschleifpaste (braun)	30 min	1000 g Anpreßgewicht pro Probe
--------------------------------------	--------	-----------------------------------

Polieren:

9 mm Diamantschleifpaste (gelb)	15 min	800 g Anpreßgewicht pro Probe
------------------------------------	--------	----------------------------------

Feinpolieren:

3 mm Diamantschleifpaste (grün)	10 min	400 g Anpreßgewicht pro Probe
1 mm Diamantschleifpaste (blau)	5 min	200 g Anpreßgewicht pro Probe

Vibrationsfeinpolitur:

Tonerde Wirtz Nr. 3	2 Stunden
---------------------	-----------

Tab. 9: Verwendete Schleifpasten bei der Politur;
Belastung der Probe im Schleifautomaten in g;
Dauer des Durchlaufs

Vor jedem Scheibenwechsel war eine Ultraschallreinigung im Alkoholbad notwendig, da sich in Poren des Co-Basis-Werkstoffes Diamantsplitter einlagern können, die beim Verschleppen auf feinere Tücher u.U. zu Kratzerbildung führen.

4.2 Ätzen der Proben

Zum Sichtbarmachen der Korngrenzen im hochglanzpolierten Metallschliff kommen Ätzmittel zur Anwendung, die bevorzugt die Korngrenzensubstanz angreifen. Begrenzungslinien der Kristallite erscheinen im geätzten Zustand als (für den Guß typisch) unregelmäßige, im Idealfall ringförmig geschlossene Furchen. Wegen der hohen chemischen Resistenz der zu untersuchenden CoCrMo-Legierung ist die Güte des zu erzielenden Kontrastes in großem Maße auch von der Wahl des einzusetzenden Ätzmittels abhängig.

Ergebnisse mit Reagenzien nach überlieferten Rezepturen konnten den heute üblichen, durch starke lichtoptische Vergrößerungsfaktoren bedingten Anforderungen nicht gerecht werden.

Aus diesem Grunde fiel die Entscheidung zu Gunsten eines Verfahrens nach BECKERT und KLEMM (1962), bei dem das Ausmaß des chemischen Angriffs, unter Einwirkung von niedergespanntem Gleichstrom geregelter Stärke im Sinne der Elektrolyse, wesentlich verbessert werden konnte. Bei der Schliffbildpräparation des Werkstoffes Wironium^R ließ sich das Gefüge durch elektrolytisches Ätzen bei 4V, 0,35A und einer Einwirkzeit von 20 Sekunden im Elektrolyten nach Tab. 10 mit gutem Ergebnis sichtbar machen ("External Etching").

100 ml	Aqua dest.
5 ml	HCl 1,18 g/ml
10 g	FeCl ₃ (kristallin)

Tab. 10: Chemische Zusammensetzung des Elektrolyten

Um einen elektrischen Anschluß an den Platinen ohne Störung des empfindlichen Chemismus des Elektrolyten zu ermöglichen, diente eine, rückseitig im Gießharzblock angebrachte, Bohrung zur Aufnahme einer Schraube, die den Kontakt zwischen Anodenleitung und Rückseite der Gußprobe ermöglichte. In einem flachen Gefäß mit Ätzlösung nach Tab. 10 stellte ein (resistentes) V2A-Blech die Kathode dar. Zur Stromversorgung diente das Netzteil des elektrolytischen Ätz- und Poliergerätes der Firma Grubbs Instruments, Dänemark, Typ Polectrol.

Im Sinne der Vermeidung einer Überätzung, d.h. eines ungewollten, flächenhaften Angriffs, mußten die Prüfkörper unverzüglich mit destilliertem Wasser abgespült werden.

4.3 Vorbereitende Maßnahmen

Zur Bereitstellung von präparierten Materialproben mit optimaler Oberflächenbeschaffenheit war es notwendig, die Aufbewahrung, nach gründlicher Schlußreinigung im Ultraschallbad und anschließender Trocknung mit Alkohol und Heißluftstrom, in einem sogenannten Exsikkator vorzunehmen.

Hierbei handelt es sich um ein luftdicht abzuschließendes, evakuierbares Gefäß. In diesem stehen die Proben auf einem Glasrost mit darunterliegender stark hygroskopischer Salzfüllung. Auf diese Weise werden Verschmutzung und chemische Veränderung der Probenoberfläche durch atmosphärische Einflüsse weitestgehend vermieden.

4.4 Untersuchungen mit dem Auflichtmikroskop

Wegen der Lichtundurchlässigkeit metallurgischer Prüfobjekte üblicher Dicke müssen zur mikroskopischen Betrachtung Spezialgeräte verwendet werden. Bei diesen befindet sich die Lichtquelle seitlich der optischen Vorrichtung. Über einen halbdurchlässigen Spiegel wird das beleuchtende Licht in die optische Achse des Auflichtmikroskopes umgelenkt.

Zum Zweck der Hellfeldbetrachtung erfolgt der Lichtaustritt durch die Objektivlinse. Bedingt durch die Totalreflektion an glänzenden Oberflächen erscheinen dem Betrachter polierte Bereiche als helle Flächen.

Wird als Lichtaustrittsoptik ein zum Objektiv koaxial angeordnetes Ringprisma verwendet, so kann das an Politurflächen zurückgeworfene Licht nicht in die Optik einfallen. Dies ist nur bei Streuung möglich, die beispielsweise bei Ätzstrukturen auftritt, welche somit als helle Erscheinungen vor dunklem Hintergrund imponieren.

4.4.1 Montage der Proben auf den Objektträgern des Mikroskopes

Das verwendete Auflichtmikroskop der Firma Leitz, Typ Metallux, verfügt über einen Objektträgertisch mit Kreuzsupport. Dieser ermöglicht eine feingetriebene Bewegung des zu untersuchenden Objektes in der Schärfenebene der Optik. Hierzu ist es notwendig, daß Proben mit großer Oberfläche planparallel zur Arbeitsebene des Objektisches fixiert werden.

Unter Zuhilfenahme eines "Aufquetschgerätes" und einer bleitoten Knetmasse als Befestigungs- und Ausgleichsmaterial, wurden die Proben entsprechend den erwähnten Bedingungen auf den Objektträgern befestigt.

Ein unschätzbarer Vorteil dieses Verfahrens war die resultierende Möglichkeit, die gesamte Probenoberfläche ohne Verlust der eingestellten Schärfe abfahren zu können.

4.4.2 Kontrolle der präparierten Probenoberflächen

Nach jedem einzelnen Politurdurchlauf erfolgte eine lichtmikroskopische Zwischenkontrolle zur Aufdeckung eventuell verbliebener, noch zu beseitigender Schliffspuren der jeweils als Vorletzte verwendeten Schleifmittelkörnung. Ebenso galt es hierbei Überpolituren

aufzudecken, d.h. Bereiche unverhältnismäßig starken Abtrags gegenüber benachbarter, höher bearbeitungs-resistenter Flächenareale. Verursacht werden solche Erscheinungen durch übertrieben lange Bearbeitung, d.h. durch zu späten Übergang zur nächstfeineren Diamantschleifpaste.

Die negative Auswirkung besteht darin, daß die entstehende Reliefstruktur in "Tiefen" und "Erhabenheiten" den Bereich der optisch scharfen Abbildung verläßt.

4.4.3 Theoretische Grundlagen

Die Atome eines Metalles findet man immer in regel- und gesetzmäßiger, d.h. kristalliner Anordnung zueinander vor. Während des Abkühlens einer Metallschmelze bilden sich bei der Erstarrungstemperatur Kristallkeime, an die sich im Rahmen des sogenannten Kristallwachstums immer mehr Metallatome anlagern. Wird das Wachsen eines kristallinen Körpers behindert, können keine regelmäßigen Begrenzungsflächen und -kanten entstehen: Der Körper erhält eine unregelmäßige Gestalt. Dieser "Kristallit" wird auch als Metallkorn bezeichnet. Die Korngröße in ein und demselben Metall kann unterschiedlich sein und hat einen wesentlichen Einfluß auf die Eigenschaften des Werkstoffes.

4.4.3.1 Metallstruktur

Feinkörnige Struktur wird erfahrungsgemäß durch eine große Zahl an Kristallisationskeimen und rasches Abkühlen der Schmelze begünstigt.

"Die Korngröße wirkt, ... , weitaus überwiegend mittels der Bildung von Mikrolunkern auf die Festigkeitswerte. Je größer die primär gebildeten Körner (meist in Form von Dendriten) sind, um so schlechter ist deren Beweglichkeit im entstehenden Gefüge und um so stärker gehemmt ist der für die Speisung notwendige Metallfluß" (HENRICHS L., U. HIELSCHER 1975).

Metallkristallite sind aus Atomrümpfen in gesetzmäßiger Lage zueinander und zwischengelagerten, frei beweglichen Elektronen aufgebaut (sogenanntes "Elektronengas").

Die räumliche Anordnungssystematik der vorliegenden Legierung entspricht dem Schema des hexagonalen Gitters. Im Gegensatz zu anderen Gitterformen besteht hier nur eine mögliche Gleitebene, was einen hohen Widerstand gegen mechanische Verformung bewirkt.

Durch das voneinander unabhängige Fortschreiten des Wachstums der einzelnen Kristallite entsteht ein Körnerverband mit zueinander im Winkel bzw. gedreht angeordneten Gitterebenen. Im metallurgischen Schliffbild imponiert diese Erscheinung in Form eines unterschiedlichen optischen Eindrucks der Kornanschnittflächen. Dies erleichtert die visuelle Differenzierung der Kristallite. Innerhalb der Gußkörner treten Substrukturen auf, welche zellular (wabenförmig) oder dendritisch ausgebildet sein können. Auch Übergangsformen werden angetroffen.

"Die Phasengrenzfläche (PGF) ist eine Stelle erhöhter Energie (Exzeßenergie), daher wird eine ruhende Grenzfläche immer den Zustand minimaler Energie anstreben. Eine wandernde PGF stellt eine bewegliche Wärmequelle und eine Quelle und Senke für Legierungselemente dar. Dadurch bilden sich an der PGF Temperatur- und Konzentrationsgradienten, die einen entsprechenden Stoff- und Wärmetransport hervorrufen, was entscheidend für die Ausbildung der Erstarrungsmorphologie ist" (GLAS 1979).

"Der Bereich der unterkühlten Zone erweitert sich mit zunehmend geringer werdendem Temperaturgradienten und erhöht sich im Betrag der Unterkühlung. Diese konzentrationsbedingte Unterkühlung, hauptsächlich bestimmt durch die Kristallisationskenngröße, Erstarrungsfrontgeschwindigkeit, Temperaturgradient im Bereich der Erstarrungsfront und Fremdatomkonzentration in der Schmelze, bewirkt Querdiffusion vor der PGF und ist damit für ihre Strukturierung verantwortlich" (GLAS 1979).

"Danach verläuft mit abnehmendem Quotienten

Temperaturgradient

Kristallisationsgeschwindigkeit

die Kristallisation bei exogener Erstarrung von glatter PGF über die zelluläre und zellular-dendritische Struktur zu dendritischem Wachstum" (GLAS 1979).

Bei hohem Unterkühlungsgrad beeinflussen kristallographische Effekte maßgeblich das dendritische Wachstum. Die Kristallisationsrichtung ist nicht mehr von alleiniger Bedeutung, sondern auch die bevorzugte Zellwachstumsrichtung. Die Entstehung einer gebördelten Kreuzstruktur, eventuell mit sägezahnartigen Auszackungen an den Flanken des Kreuzes führt zu sekundären Dendritenarmen. Es wachsen Dendritenäste, die ein Netz in der Ebene senkrecht zur Kristallisationsrichtung bilden (Abb. 6).

Eine bestimmte kristallographische Richtung wächst viel schneller als alle anderen und bildet somit den Stamm des Dendriten (Primär- oder Hauptarm). Einen wesentlichen Einfluß auf die Eigenschaften einer Legierung hat nach mehreren Autoren der Abstand der sekundären Arme.

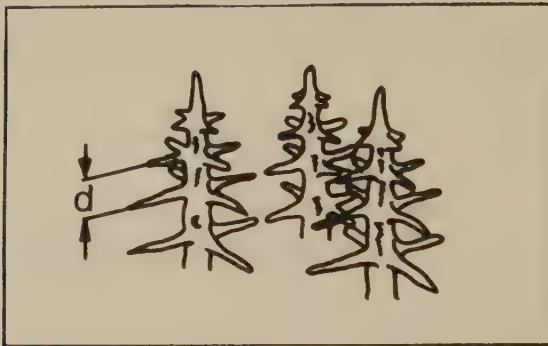


Abb. 6 Schematische Darstellung von Dendriten mit Abstand (d) der sekundären Dendritenarme

Wesentlich ist nun, daß die Dendritenarmabstände bei gegebener Legierung allein von der lokalen Erstarrungszeit beeinflußt werden. Die grundlegenden Forschungsarbeiten über den Mechanismus stammen vornehmlich von M.C. Flemings, T.Z. Kattamis, U. Feurer und R. Wunderlin.

Die Verfestigung der Legierung beginnt am Liquiduspunkt und ist am Soliduspunkt abgeschlossen. Zunächst kristallisieren im verstärktem Maße Teile der Komponente mit dem höchsten Schmelzpunkt aus. Beim weiteren Erstarren wird der Anteil der sich aus der Schmelze ausscheidenden Komponenten mit niedrigeren Schmelztemperaturen immer größer. Im fertigen Kristallit besteht dann das zuerst gebildete Kristallskelett in einem höheren Maße, als es der Legierungszusammensetzung entspricht aus der Komponente mit der höchsten Schmelztemperatur. Dementsprechend findet man in den zuletzt erstarrten Bezirken einen größeren Anteil der Komponente mit dem niedrigsten Schmelzpunkt: Es erfolgt eine beschränkte Entmischung innerhalb eines Kristalliten, eine innerkristalline Seigerung.

Die entstehende "tannenzweigähnliche" Dendritenstruktur weist somit auf Inhomogenität im Mikrogefüge hin. Die hier einmündende Verbindung zur chemischen Resistenz der Legierung erzwingt das Bestreben, eine feindendritische Gußstruktur zu erzielen.

4.4.3.2 Bestimmung struktureller Kenngrößen

"Mittlere Korngrößen"

Von der Meßpraxis her bieten sich zwei kennzeichnende Größen an:

- die mittlere Sehnenlänge (auch Korngröße nach Heyn oder Intercept-Korngröße)
- die mittlere Kornschnittfläche (auch Korngröße nach Jeffries)

Beide sind leicht durch einfache Zähloperationen zu bestimmen (Abb. 7).

Man zählt die Korngrenzen, die von einer Testlinie bekannter Länge geschnitten werden, bzw. die Zahl der Körner in einem Bildausschnitt bekannter Größe. Dessen Fläche und die Länge der Linie müssen entsprechend der Mikroskopvergrößerung auf wahre Maße am Präparat umgerechnet werden.

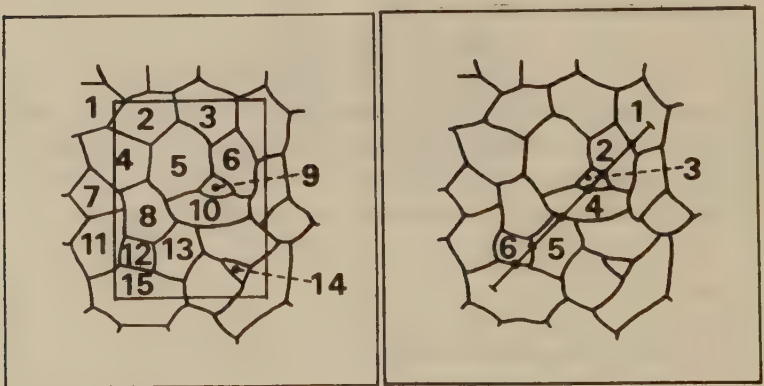


Abb. 7 Messung der Flächen- und Sehnen-
(Intercept-) Korngröße

Zur Vermeidung von Randfehlern gilt die Vorschrift, daß Körner, die nicht im Ganzen in der Meßstrecke bzw. Meßfläche enthalten sind, jeweils nur auf der einen Seite mitgezählt werden (Abb. 7). Beispielsweise nimmt man bei der Flächenzählung jene Körner, die vom linken und vom oberen Rand geschnitten werden, mit und läßt die von den gegenüberliegenden Rändern geschnittenen weg; von den Körnern in Ecklage werden zwei benachbarte mitgezählt, die gegenüberliegenden weggelassen. Bei der Intercept-Messung wird das Korn, in dem die Meßstrecke beginnt, mitgezählt, jenes am entgegengesetzten Ende jedoch nicht erfaßt. Zählt man statt der Körner die Durchstoßpunkte, so entfällt das Randproblem.

Zur Erzielung eines brauchbaren Mittelwertes muß das Testraster mehrfach in jeweils zufälliger, anderer Position verwendet werden. Das Verfahren sollte mindestens bis zu 200, besser bis zu 1000 Korngrenzen-treffern durchgeführt werden. Ein Zählwerk erleichtert die Registrierung.

Bei der Bestimmung des mittleren Abstandes der Sekundärdendritenarme wurde ähnlich der Intercept-Methode verfahren:

Man zählt n Dendritenarme aus und mißt den Abstand von der Mitte des ersten bis Mitte des n -ten Armes. Der erhaltene Wert wird durch $(n-1)$ geteilt. Dieser Vorgang ist ebenfalls in ausreichender Häufigkeit zu wiederholen, um eine statistische Relevanz sicherzustellen.

4.4.4 Fotografische Dokumentation

Das Leitz Auflichtmikroskop, Typ Metallux, verfügt über eine Montagevorrichtung zur Aufnahme eines speziellen Kleinbildkameragehäuses. Belichtungssteuerung und Filmtransport erfolgen automatisch. Verwendung fand das Dokumentenfilmmaterial Orthopan von Agfa Gaevert (Schwarz-weiß 25ASA, 36 Aufnahmen). Filmentwickler Rodinal, Papier Ilfospeed 2.1 M



Abb. 8 Feinkörniges Gefüge, dendritische Erstarrungsform,
Schliffbild geätzt, Hellfeld,
Platine 25, $V = \times 160$

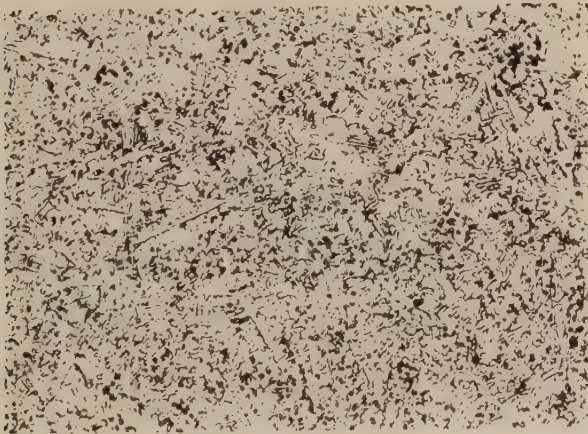


Abb. 9 Gefüge entsprechend Abb. 8 bei stärkerer Ver-
größerung, Schliffbild geätzt, Hellfeld,
Platine 25, $V = \times 320$

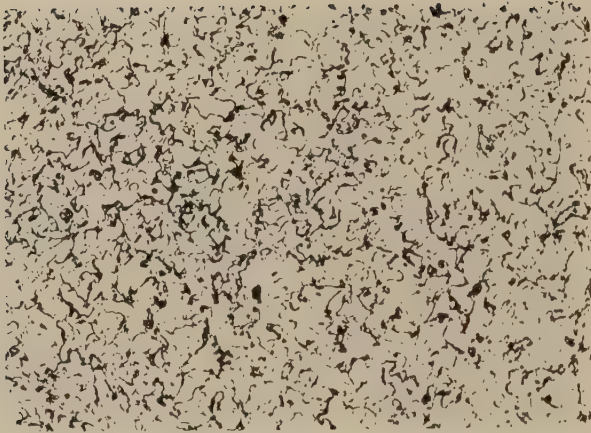


Abb. 10 Abb. 9 in stärkerer Vergrößerung,
Schliffbild geätzt, Hellfeld,
Platine 25, $V = \times 640$

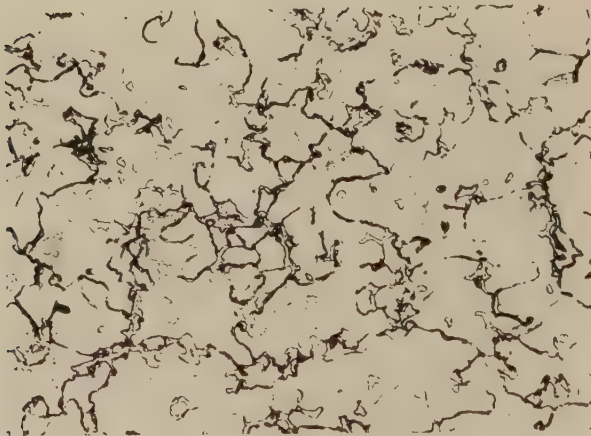


Abb. 11 Deutliche Darstellung der Korngrenzen mit
teilweiser Kontinuitätsunterbrechung,
Schliffbild geätzt, Hellfeld
Platine 25, $V = \times 1600$



Abb. 12 Darstellung der dendritischen Struktur,
Schliffbild geätzt, Dunkelfeld,
Platine 23, $V = \times 160$



Abb. 13 Darstellung der dendritischen Struktur,
Schliffbild geätzt, Hellfeld,
Platine 23, $V = \times 160$



Abb. 14 Abb. 13 in stärkerer Vergrößerung, vereinzelte Porositäten, Schliffbild geätzt, Hellfeld, Platine 23, $V = \times 320$

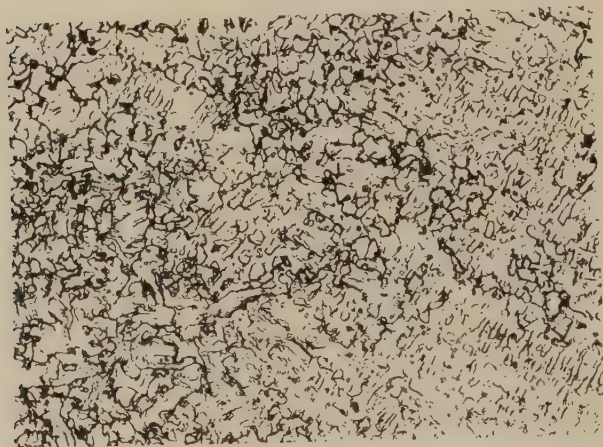


Abb. 15 Abb. 14 in stärkerer Vergrößerung, entlang der Korngrenzen orientierte Porositäten, Schliffbild geätzt, Hellfeld, Platine 23, $V = \times 640$



Abb. 16 Dendritische Struktur, Cr-reiche σ -Phase dunkel, Co-reiche α -Phase (Matrix) hell, Schliffbild geätzt, Hellfeld, Platine 19, $V = \times 160$



Abb. 17 Wachstumszentrum mehrerer Dendriten, Schliffbild geätzt, Hellfeld, Platine 19, $V = \times 160$

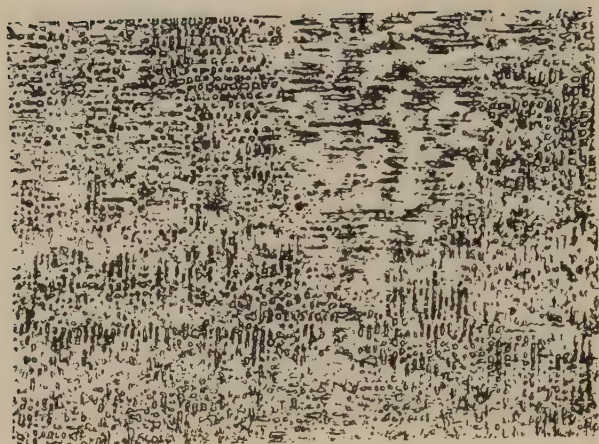


Abb. 18 Abb. 16 in stärkerer Vergrößerung,
Schliffbild geätzt, Hellfeld,
Platine 19, $V = \times 320$



Abb. 19 Grobkörniges Gefüge, dendritische Struktur,
Schliffbild geätzt, Hellfeld,
Platine 15, $V = \times 160$

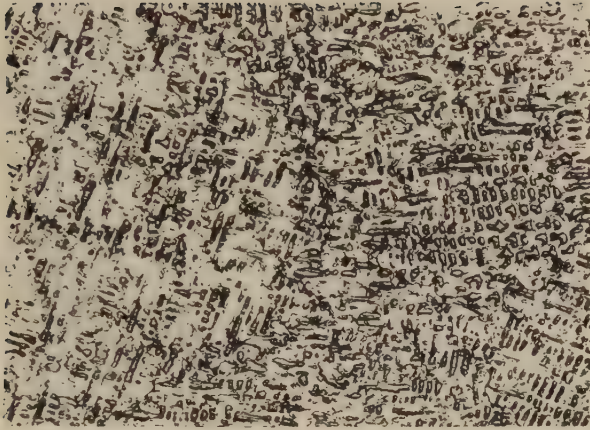


Abb. 20 Grobkörniges Gefüge mit dendritischer Erstarrung, durch die Bildmitte verläuft bogenförmig eine Korngrenze, Schliffbild geätzt, Hellfeld, Platine 15, $V = \times 320$

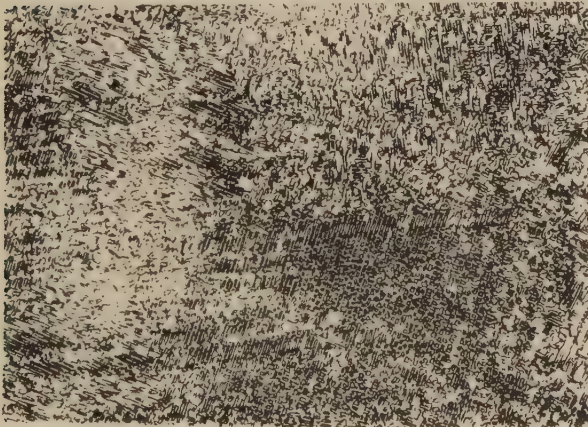


Abb. 21 Dendritische Struktur mit grobem Korn, Schliffbild geätzt, Hellfeld, Platine 16, $V = \times 160$



Abb. 22 Deutlich dargestellte Korngrenze in der
Bildendiagonalen, Schliffbild geätzt, Hellfeld,
Platine 16, $V = \times 640$

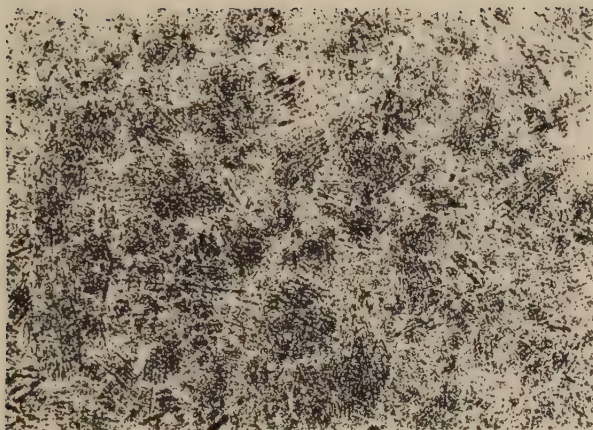


Abb. 23 Dendritische Struktur, feines Korn,
Schliffbild geätzt, Dunkelfeld,
Platine 21, $V = \times 160$

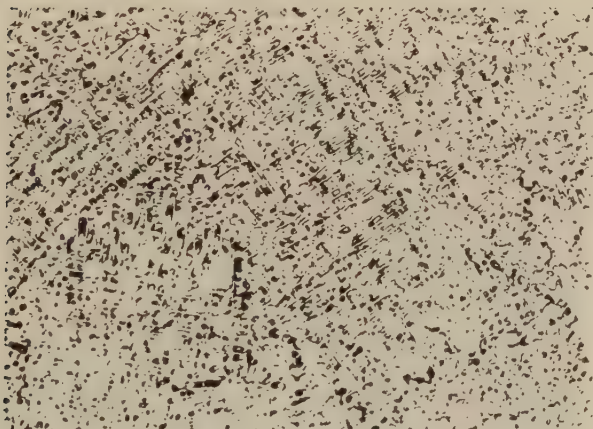


Abb. 24 Gefüge entsprechend Abb. 23,
Schliffbild geätzt, Hellfeld,
Platine 21, $V = \times 320$

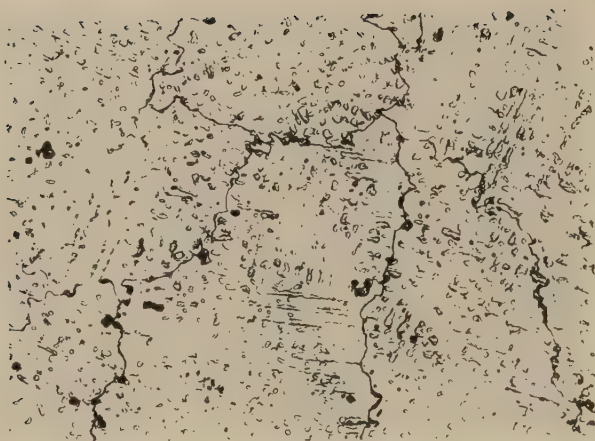


Abb. 25 Deutliche Darstellung der Korngrenzen in starker Vergrößerung, Schliffbild geätzt, Hellfeld, Platine 21, $V = \times 640$

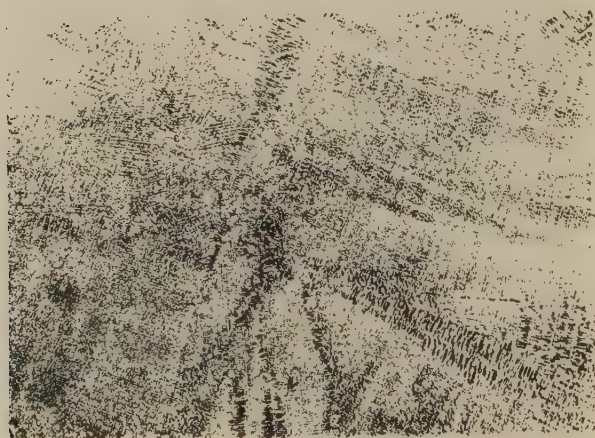


Abb. 26 Dendritische Struktur, σ -Phase hell, α -Phase (Matrix) dunkel, Schliffbild geätzt, Dunkelfeld, Platine 22, $V = \times 160$

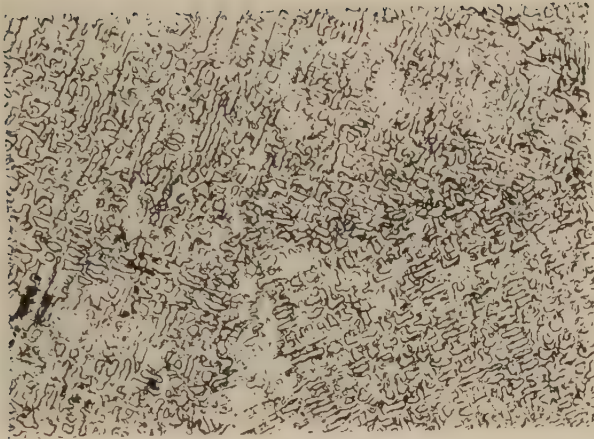


Abb. 27 Durch die Bildmitte verlaufende Korngrenze,
links unten Anhäufung von Porositäten,
Schliffbild geätzt, Hellfeld,
Platine 22, $V = \times 640$



Abb. 28 Gleichmäßig verteilte Porositäten,
Schliffbild geätzt, Hellfeld,
Platine 24, $V = \times 320$

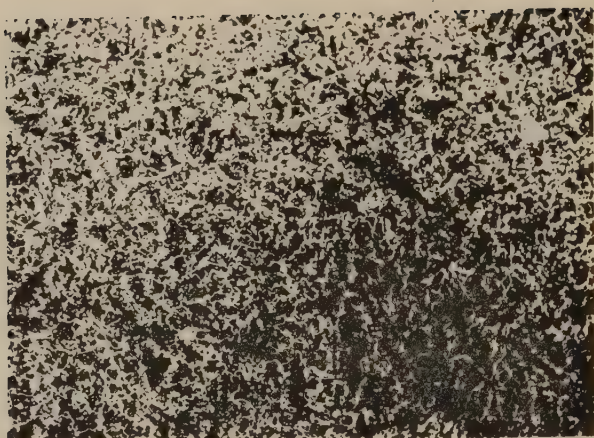


Abb. 29 Darstellung der Korngrenzen (hell) bei starker Vergrößerung, Schliffbild geätzt, Dunkelfeld, Platine 25, $V = x 640$

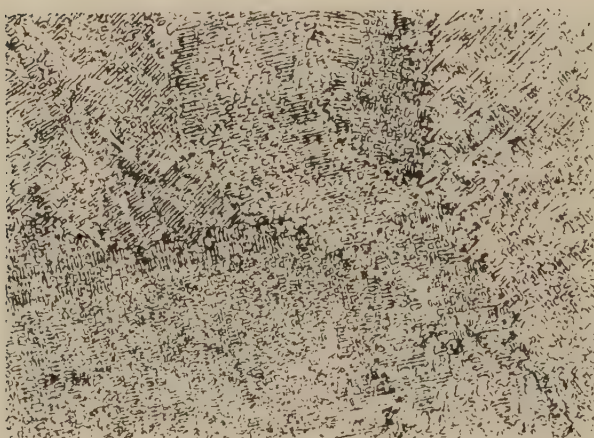


Abb. 30 Porositäten entlang der Korngrenzen, Schliffbild geätzt, Hellfeld, Platine 26, $V = x 320$

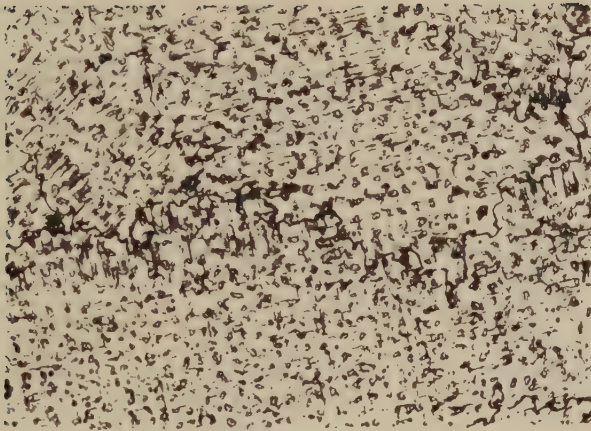


Abb. 31 Durch die Bildmitte verlaufende Korngrenze, Mikroporositäten eingelagert in dendritische Strukturen, Schliffbild geätzt, Hellfeld, Platine 26, $V = \times 640$



Abb. 32 Dendritenstrukturen in der Übersicht, Schliffbild geätzt, Dunkelfeld, Platine 26, $V = \times 160$

4.4.5 Ergebnisse

Durchschnittliche Kornquerschnittsfläche (μm^2)	Durchschnittlicher Korndurchmesser (μm)	Probe Nr.
1615	45,3	5
10360	113,8	6
14750	137,0	7
2170	50,5	8
11500	121,0	9
16500	145,0	10
13405	126,4	11
13100	128,0	12
14750	137,0	13
15800	140,5	14
59050	273,0	15
55200	264,0	16
47000	243,5	17
43150	234,0	18
72450	303,0	19
44750	237,0	20
3775	68,0	21
29300	193,0	22
148	13,7	23
6190	88,8	24
367	21,2	25
6485	89,3	26
2010	50,6	27
11500	121,0	29
13400	131,0	30
3100	62,8	31
23000	171,0	32

Tab. 8: Werte der durchschnittlichen Kornquerschnittsflächen und Korndurchmesser (Proben 5 - 32).

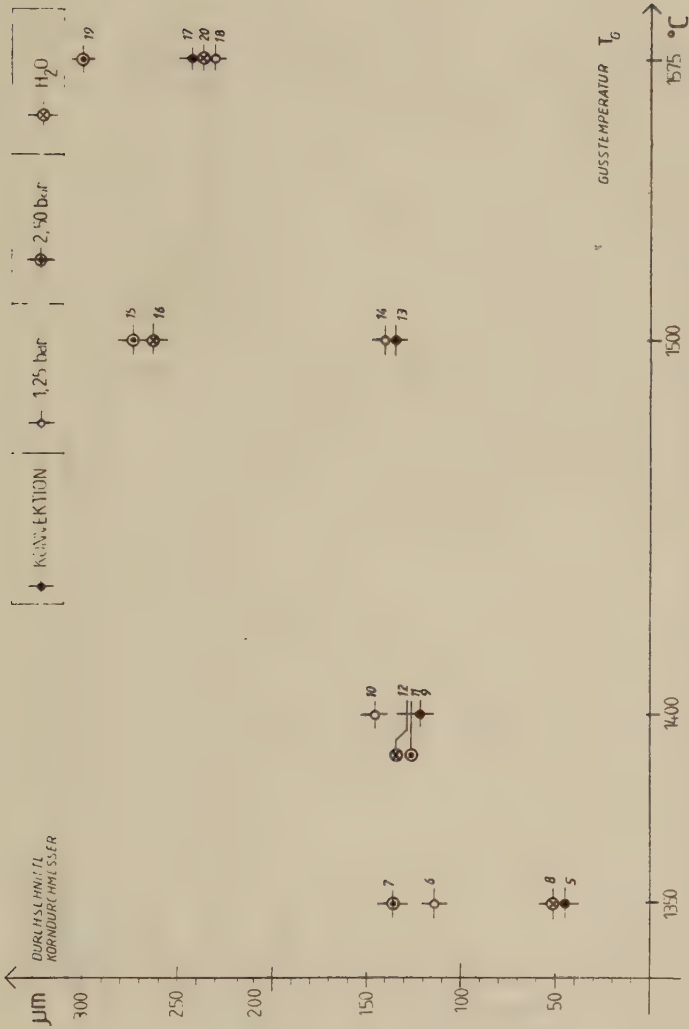


Abb. 33 Korrelation des durchschnittlichen Korndurchmessers, der Gusstemperatur und der Abkühlbedingungen

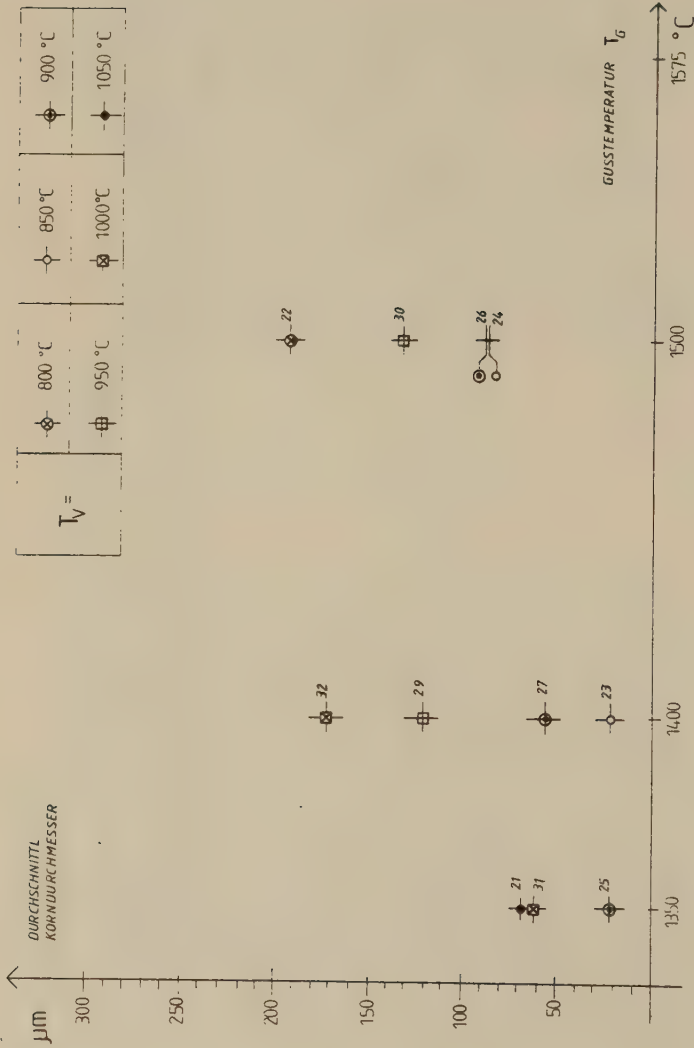


Abb. 34 Korrelation des durchschnittlichen Korndurchmessers, der Gußtemperatur und der Vorwärmtemperatur

Dendritenarmabstand in μm :

Dendritenarmabstand in μm	Probe Nr.
3,32 μm	5
3,95 μm	6
4,16 μm	7
3,66 μm	8
4,18 μm	9
4,03 μm	10
3,85 μm	11
3,92 μm	12
3,87 μm	13
4,15 μm	14
4,27 μm	15
4,55 μm	16
4,08 μm	17
4,56 μm	18
4,76 μm	19
4,22 μm	20
3,08 μm	21
3,01 μm	22
2,96 μm	23
3,15 μm	24
2,90 μm	25
3,00 μm	26
3,25 μm	27
3,65 μm	29
4,40 μm	30
3,24 μm	31
3,29 μm	32

Tab. 9: Mittlerer Dendritenarmabstand (Proben 5 - 32)

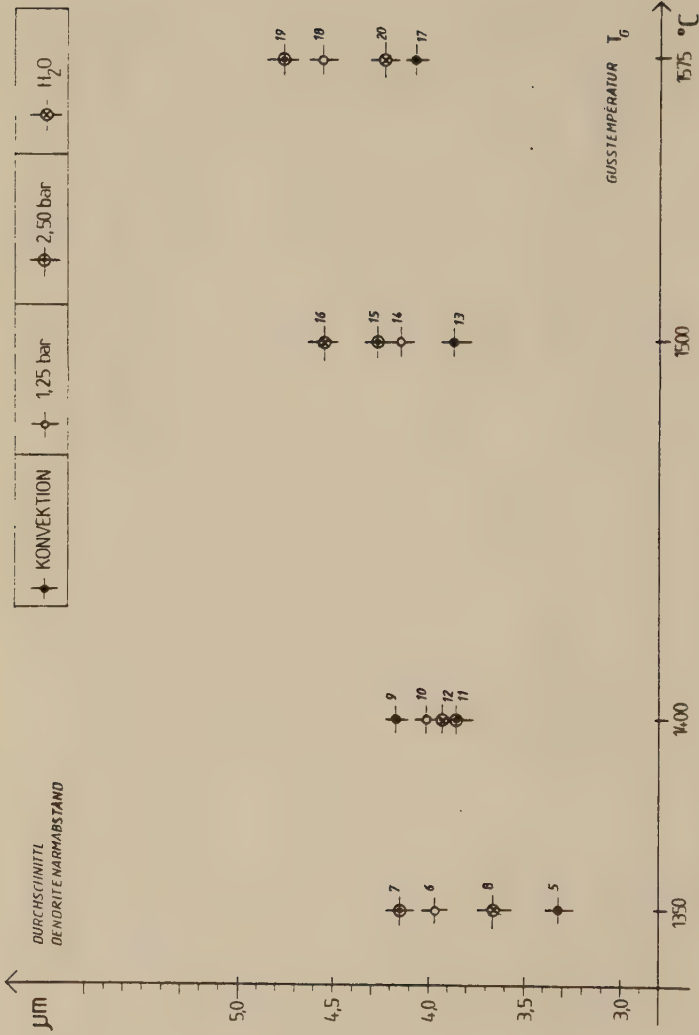
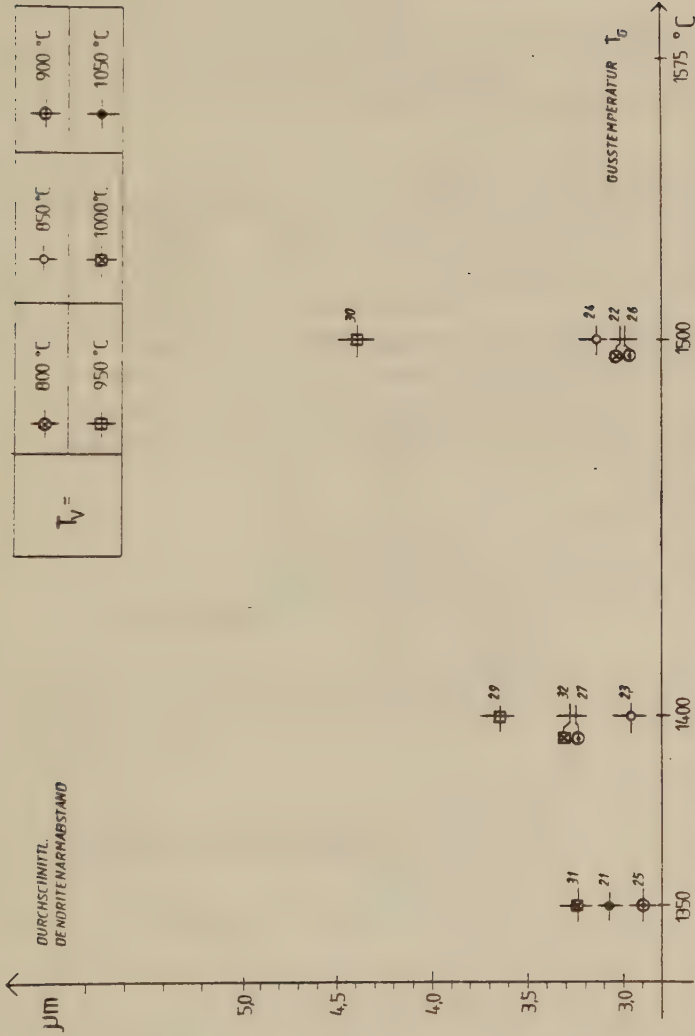


Abb. 35 Korrelation des durchschnittlichen Dendritenarmabstandes, der Gußtemperatur und der Abkühlbedingungen



5 Auswertung der Ergebnisse

Wie aus Abb. 33, 34 ersichtlich, zeigte sich bei höheren Temperaturen der Schmelze die Tendenz zur Ausbildung eines im Mittel größeren Kornes.

Die besten Resultate hinsichtlich der Korngröße waren bei einer Vorwärmtemperatur (T_V) der Muffel von 850°C bis 900°C und einer Gußtemperatur (T_G) von 1350°C bis 1400°C zu beobachten.

Es wurde festgestellt, daß bei einer Vorwärmtemperatur der Gußmuffel im Bereich zwischen 1000°C und 1050°C und einer Temperatur der Schmelze von 1350°C bezüglich der Porositäten ein gutes Ergebnis erzielt werden kann (BAUER 1983).

Platine 25	$T_V = 900^\circ\text{C}$ $T_G = 1350^\circ\text{C}$ durchschnittliche Kornquerschnitts- fläche $367 \mu\text{m}^2$ durchschnittlicher Korndurchmesser $21,2 \mu\text{m}$
------------	--

Platine 23	$T_V = 850^\circ\text{C}$ $T_G = 1400^\circ\text{C}$ durchschnittliche Kornquerschnitts- fläche $148 \mu\text{m}^2$ durchschnittlicher Korndurchmesser $13,7 \mu\text{m}$
------------	--

Zum Vergleich sei darauf hingewiesen, daß unter "ungünstigen Bedingungen" ($T_G = 1500^\circ\text{C} - 1575^\circ\text{C}$) die Werte für die Kornquerschnittsfläche im Versuch bis zum ca. 50-fachen angestiegen sind.

Platine 19 $T_V = 1100^\circ\text{C}$
 $T_G = 1575^\circ\text{C}$
 durchschnittliche Kornquerschnitts-
 fläche $72450 \mu\text{m}^2$
 durchschnittlicher Korndurchmesser
 $303 \mu\text{m}$

Platine 15 $T_V = 1100^\circ\text{C}$
 $T_G = 1500^\circ\text{C}$
 durchschnittliche Kornquerschnitts-
 fläche $59050 \mu\text{m}^2$
 durchschnittlicher Korndurchmesser
 $273,0 \mu\text{m}$

Platine 16 $T_V = 1100^\circ\text{C}$
 $T_G = 1500^\circ\text{C}$
 durchschnittliche Kornquerschnitts-
 fläche $55200 \mu\text{m}^2$
 durchschnittlicher Korndurchmesser
 $264,0 \mu\text{m}$

Parallel hierzu ist mit steigender T_G und T_V eine Zunahme des mittleren Dendritenarmabstandes festzustellen (Abb. 35, 36).

Die besten Ergebnisse wurden bei den Proben Nr. 21 bis 26 erzielt.

T_G	T_V	mittlerer Dendritenarmabstand	Probe Nr.
1350°C	900°C	2,90 μm	25
1400°C	850°C	2,96 μm	23
1500°C	900°C	3,00 μm	26
1500°C	800°C	3,01 μm	22
1350°C	1050°C	3,08 μm	21
1500°C	850°C	3,15 μm	24

Tab. 10: Gußparameter und zugehöriger mittlerer
Dendritenarmabstand der Proben 21-26

Aus den Werten T_G und T_V der Platinen 21 und 26 ist ersichtlich, daß ein gemeinsamer Mittelwert $(T_G + T_V) : 2 = 1200^\circ\text{C}$ vorliegt.

$$(1) T_G = [1200 + (1200 - T_V)]^\circ\text{C}$$

Bei den Proben 22 - 25 trifft dies nicht zu. Es ist jedoch zu beobachten, daß $(T_G - 1200^\circ\text{C}) < (1200^\circ\text{C} - T_V)$ ist.

$$(2) T_{V\text{grenz}} = [1200 - (T_G - 1200)]^\circ\text{C}$$

$$(3) T_V \leq T_{V\text{grenz}}$$

T_G = Temperatur der Schmelze in $^\circ\text{C}$

T_V = Vorwärmtemperatur der Muffel in $^\circ\text{C}$

$T_{V\text{grenz}}$ = oberer Grenzwert für die Vorwärmtemperatur

Schlechte Ergebnisse mußten bei den Proben 16, 18 und 19 festgestellt werden, deren gußtechnische Verarbeitungsbedingungen nicht mit den Formeln (1) bis (3) vereinbar sind:

T_G	T_V	mittlerer Dendritenarmabstand	Probe Nr.
1575°C	1100°C	4,76 μm	19
1500°C	1100°C	4,55 μm	16
1575°C	1100°C	4,56 μm	18

Tab. 11: Gußparameter und zugehöriger mittlerer Dendritenarmabstand der Proben 16, 18 und 19

Im Gegensatz hierzu war es nicht möglich, einen systematischen Zusammenhang zwischen den gewählten unterschiedlichen äußeren Abkühlbedingungen und den erzielten Ergebnissen herzustellen.

Wahrscheinlich ist dies darauf zurückzuführen, daß die entscheidende Abkühlphase in ihrer zeitlichen Ausdehnung die Verweildauer der Gußform in der Schleuder nicht überschreitet.

Eine Beeinflussung der dendritischen Struktur, im Sinne der Homogenisierung, durch die Restwärme der Muffel ist nicht erkennbar.

Der Grund hierfür ist in der raschen Abkühlung unmittelbar nach erfolgtem Guß und der damit verbundenen kurzen Einwirkzeit der nötigen Temperatur zu sehen. In Konsequenz dessen muß die Vorwärmtemperatur (T_V) der Guß-

form als wirkungsvollste Variable zur Steuerung der Erstarrungsgeschwindigkeit herangezogen werden. Der Minimalwert für T_v ist in der Praxis von Form, Ausdehnung und Dicke des Gußobjektes abhängig. Bei ungenügend vorgewärmter Muffel muß mit unvollständigem Ausfließen, Strömungsbehinderung durch vorzeitige Gefügeausbildung und verstärktem Auftreten von Gefügelücken gerechnet werden (BAUER 1983).

Zusammenfassend kann festgestellt werden, daß zur Erzielung einer im Mittel geringen Korngröße und eines kleinen mittleren Dendritenarmabstandes folgende Punkte berücksichtigt werden müssen:

1. Die Aufschmelzung des Metalls sollte nicht unnötig weit über den Liquiduspunkt hinaus erfolgen.

Bestandteile der Legierung, die einen hohen Schmelzpunkt haben, verbleiben in der Schmelze noch relativ lange als kristallartige Reste. Sie führen beim Abkühlen zur Bildung neuer Keime. Dies bewirkt die Ausbildung eines feinkörnigen Gefüges.

2. Die Vorwärmtemperatur der Muffel sollte nicht höher sein, als es zum vollständigen und lunkerfreien Ausfließens der Hohlform notwendig ist. Im Versuch ergab sich die Temperaturspanne von 900°C bis 1050°C als optimaler Bereich.

Bei der damit verbundenen schnellen Abkühlung der Schmelze wird die Erstarrungswärme in kurzer Zeit aus dem Metall in die Umgebung abgegeben.

Der rasche Energieverlust der Atome bewirkt die Entstehung vieler Kristallisationskerne. Beim Wachsen treffen die einzelnen Körner nach kurzer Zeit aufeinander. Durch dieses unterbrochene Wachstum bleiben sie relativ klein, das Gefüge wird feinkörnig. Dies führt zu höheren mechanischen Festigkeitswerten.

Medizinische Implantate zum Knochenersatz sind immer hohen mechanischen Belastungen unterworfen. Bei ungenügender Festigkeit des Werkstoffes kann eine Zerstörung der Allentese auch durch Spannungskorrosion eintreten. Aus diesem Grunde sind eine feinkörnige Gefügestruktur des Implantatwerkstoffes und damit verbundene hohe mechanische Festigkeitswerte wünschenswert. Die mit der hieraus resultierenden Erhöhung der Gesamtlänge der Korngrenzen verbundene, denkbare Steigerung der Korrosionsanfälligkeit ist in diesem speziellen Fall nicht relevant, da der außerordentlich geringe Kohlenstoffanteil, entsprechend der ASTM-Norm F54-T, eine unerwünschte Neigung zum Korngrenzenzerfall weitgehend ausschließt.

Vor der operativen Einlagerung eines metallischen Implantates muß dieses zur Erhöhung der Korrosionsresistenz einer Hochtemperaturbehandlung (Lösungs-glühen, Tempern, Homogenisieren) unterzogen werden. Bei diesem Vorgang bleibt die durchschnittliche Korngröße erhalten. Die unerwünschten dendritischen Strukturen, als Ausdruck einer inhomogenen Verteilung der Legierungskomponenten innerhalb der Kristallite (Körner), können durch diese Maßnahme beseitigt werden.

Aus einer Vielzahl von Versuchen und technischen Erfahrungsbberichten sind geradezu typische Erscheinungen der Korrosion an verschiedenen Implantatwerkstoffen bekannt. Belastungsbedingte Verformungen fhrten zu Verletzungen der Passivschicht. Die Gefahr von Inhomogenittten zeigte sich darin, da der Durchbruch der inaktiven Oberflche offensichtlich vor allem an Stellen mit angehobenem Chromgehalt erfolgt (DIELERT 1981). Korrosionsbedingte Rauhgkeiten hufte sich im Bereich grobkrniger Areale des Grundwerkstoffes.

Jede metallische Korrosion im Krperelektrolyten setzt in unerwnschtem Ma e legierungsspezifische- und damit Spuren-Elemente frei. Die feststellbaren Anreicherungen im Gewebe des Implantatlagere (DIELERT 1982, 1983) fhren zu strenden Gewebereaktionen, welche schließlich zum vorzeitigen Entfernen der Allenthesen zwingen knnen.

Aus diesen Grnden ist fr implantologische Zwecke ein homogenes und fein kristallisiertes Gefge wnschenswert.

6 Zusammenfassung

Untersucht wurde der Einfluß von Vorwärmtemperatur der Gußform, Temperatur der Schmelze und unterschiedlicher Abkühlbedingungen auf die Gefügestruktur (Korngröße, Dendritenarmabstand) bei Verarbeitung einer nach ASTM-Norm F54-T für implantologische Zwecke zugelassenen Kobalt-Chrom-Molybdän-Legierung im Hochfrequenz-Schleudergußverfahren unter Schutzgasatmosphäre.

Zur Herstellung des Probengutes in Form von Platinen (10mm x 20mm x 1mm) fand die Legierung Wironium^R der Firma Bego Verwendung.

Nach metallurgischer Präparation durch Schleifen, Polieren und anschließendem elektrolytischem Ätzen erfolgte die lichtoptische Strukturanalyse der Gußproben.

Zur Beurteilung herangezogene Kriterien:

- a) Mittlere Korngröße
- b) Mittlerer Dendritenarmabstand.

Die besten Resultate wurden erzielt bei einer Temperatur der Schmelze (T_G) knapp über Liquidus in Verbindung mit einer Vorwärmtemperatur (T_V) der Muffel von 900°C bis 1050°C. Die Temperatur der Gußform darf einen Wert von

$$T_{V\text{grenz}} = [1200 - (T_G - 1200)]^\circ\text{C}$$

nicht überschreiten.

Im Rahmen der untersuchten exogenen Abkühlbedingungen, die von reiner Konvektion bis zum Abschrecken im Wasserbad reichten, konnte keine positive Beeinflussung im Sinne eines feinkörnigen Gefüges mit kleinem Dendritenarmabstand gesehen werden.

Es darf keineswegs der Schluß gezogen werden, die beschleunigte Abkühlung im Wasserbad sei zur Verringerung des Zeitaufwandes unbedenklich einsetzbar. Bei Gußkörpern größeren Volumens muß die Möglichkeit der Entstehung von Abschreckrissen in Betracht gezogen werden. Hinsichtlich der Benutzung eines Preßluftgebläses zum Zweck der Verkürzung einer unnötig langen Abkühlphase haben sich auch unter Beurteilung der (voluminösen) Gußkegel keine Bedenken erhoben.

LITERATURVERZEICHNIS

- ARBENZ, H. Bericht Nr. 44 des Fachausschusses Leichtmetallguß im Verein Deutscher Gießereifachleute, Gießerei 66 (1979), Nr. 19, 17. September
- ARBENZ, H. "Qualitätsbeschreibung von Aluminiumgußstücken anhand von Gefügemerkmalen", Bericht Nr. 44 des Fachausschusses Leichtmetallguß im Verein Deutscher Gießereifachleute, 1982, 27.7., S. 704 ff
- ASTM-Kartei American Society for Testing Materials, 1916 Race St., Philadelphia 3, Pa., USA, 1980
- BAUER, L. Gußtechnische Versuche und Oberflächenanalysen an einer Co-Cr-Mo-Implantatlegierung, München 1983, Dissertation
- BECKERT, M. Handbuch der metallurgischen Ätzverfahren, Leipzig 1962
- KLEMM, H.
- CAPENER, N. Lancet, 1956, S. 1107
- COHEN, J. J. Bone Surg., 1962, Nr. 44 A, S. 307
- DIELERT, E. "Die Gewebebelastung durch Korrosionsprodukte bei Implantaten", München 1981, Habilitationsschrift
- DIELERT, E. Der Einfluß der sichtbaren biologischen Reaktionen des Implantatlagers auf den quantitativen Anfall von Korrosionsprodukten, Fortschr. Kiefer- u. Gesichtschir., Thieme, Stuttgart, 1983

- DIELERT, E.
FUNK, N. Risikominderung bei metallischen Unterkieferallenthesen, Dtsch. Z. Mund-Kiefer-Gesichts-Chir. 7,72, 1983
- DIELERT, E. Korrosive Zerfallprodukte von Osteosynthese-Platten - Mikroanalytische Untersuchungen, Fortschr. Med. 100, 470, 1982
- DIELERT, E.
MILACHOWSKI, K.
SCHRAMMEL, P. Die Bedeutung der legierungs-spezifischen Elemente Eisen, Kobalt, Chrom und Nickel für die aseptische Lockerung von Hüftgelenktotalendoprothesen, Z. Orthop. 121,58, 1983
- DIELERT, E. Nachweis der Korrosionsprodukte im Lagergewebe von Unterkiefer-resektionsplatten, Zahnärztliche Prax. 34,15, 1983
- DIELERT, E.
WINTER, W.
SCHRAMMEL, P. Biochemical and histological investigations in the ambient tissue of metallic implants, Trace Element-Analytical Chemistry in Medicine and Biology, Vol.2, Walter de Gruyter & Co, Berlin, New York, 1983
- DIELERT, E.
SCHINKO, I.
HAMM, G. Zum Einsatz des Elektronenstrahls beim Identifizieren korrosiver Zerfallsprodukte von Osteosyntheseplatten in biologischem Material, Dtsch. Z. Mund-Kiefer-Gesichts-Chir. 5, 159-178, 1981
- DOMKE Werkstoffkunde und Werkstoffprüfung, Verlag W. Girardet-Essen, 1971
- EICHNER, K. "Zahnärztliche Werkstoffe und ihre Verarbeitung", Dr. Alfred Hüthig Verlag, Heidelberg, 1974
- ENGLER, S.
WOITHE, H. "Gießverfahren und Gußgefüge", Gießerei Institut der Rheinisch-Westfälischen Technischen Hochschule Aachen

- FEURER, U.
WUNDERLIN, R. DGM Fachber. Nr. 38,
Oberursel 1977
- FISCHMEISTER, H.
ARZT, E. "Charakterisierung der Korngröße
von Metallen",
Institut für Metallkunde und
Werkstoffkunde,
Montan-Universität Leoben
- FLEMINGS, M.C.
und Mitarbeiter Effects of solidification
variables on ingot structure
AMC Contract Rep. No. DA 19 020
ORD 5706 (A) 122 S Mass. Inst.
of Technology Cambridge, Mass.,
1966
- FRANK, E.
ZITTER, H. "Metallurgische Implantate in
der Knochenchirurgie", Springer
Verlag Wien, New York, 1971
- FUCHS (1981) Vortrag von Z. M. PFANNENSTIEL,
1982, 8. Jahrestagung "Deutsche
Technologie"
- GLAS, D. Untersuchungen des Kristallwachs-
tums an Aluminium- und Kobalt-
legierungen-Messung von Kristalli-
sationskenngrößen, Diplomarbeit,
Lehrstuhl für Metallurgie und
Metallkunde der TU München, 1978
- GUMMICH, M. "Über die Korrosion an Implantaten"
Berlin 1967, Dissertation
- HENRICHS, L.
HIELSCHER, U. Metall 28, 1975
Nr. 3, S. 281/84
- HOFMANN, J. "Aktivierungsanalytische Unter-
suchungen über die Auswirkung der
Korrosion von Implantaten aus
Eisen- und Kobaltbasis-Legierungen
auf den menschlichen und tieri-
schen Organismus",
Köln 1981, Dissertation

- IVANS, V. R. "An Introduction to metal Corrosion", Edward Arnold
- JACOBS, H. G. "Zur Entwicklung der enossalen Implantologie", Zahnärztliche Mitteilungen, Jahrgang 69, 1979, S. 254-255
- JEFFRIES, Z. Chem. Met. Eng. 18, 1918, S. 185
- KAESCHE, H. "Die Korrosion der Metalle", Springer Verlag
- KATTAMIS, T. Z. und Mitarbeiter Trans. metallurg. Soc. AIME 239, 1967, S. 1504/11
- KNISCHEWSKI, RAU "Werkstoffkunde: Metalle", Verlag Neuer Merkur GmbH, 1975
- KRÜGER, E. "Operationslehre für Zahnärzte" Quintessenz Verlags-GmbH, Berlin, Chicago, Rio de Janeiro und Tokio, 1982
- LAING, P.G. J. Bone Surg. 1958, Nr. 40 A, S. 853, BECHTOL, C. O., FERGUSON, A. B., LAING, P. G. Metals and Engineering in Bone and Joint, Surgery, S. 46-126, Baltimore 1959, The Williams and Wilkins Company
- LAING, P. G. "The Journal of Bone and Joint Surgery", Vol. 40 A (1958) 853/69
- RAPATZ, F. "Die Edelstähle", 5. Auflage Berlin, Göttingen, Heidelberg, 1962
- RO RO RO Technikerlexikon
- RUNNE, H. J. Zbl. Chir., MORITZ, H. 1961, S. 2341

- RUNNE, H. J.
MORITZ, H. "Korrosionsschäden und Metallosen nach Osteosynthesen", Zentralblatt für Chirurgie 1961, Heft 45
- SCALES, J. T.
WINTER, G.D.
SHIRLEY, H. T. J. Bone Surg., 1959, Nr. 41 B, S. 810
- SCHUSTER, J. "Metallurgische Probleme in der Knochenchirurgie", Münchener Medizinische Wochenschrift, Jahrgang 36, 1970, S. 1590-1594
- STAHL-EINSATZ-LISTE des VDEh 430-66 (Nichtrostende Stähle und Legierungen für medizinische Zwecke)
- STÖR, O. Chirurg, 1943, Nr. 15, S. 313
- STRAUMANN, F.
STEINMANN, S. Langenbecks Arch. klin. Chirurgie, 1963
- STRAUMANN, F.
STEINMANN, S. Technik der operativen Frakturenbehandlung, Berlin, Göttingen, Heidelberg 1963, Springer Verlag
- STÜWE "Einführung in die Werkstoffkunde", Bi-Verlag
- TOFAUTE, W. "Die nichtrostenden und säurebeständigen Stähle und Legierungen in der Zahnheilkunde und der Chirurgie", Technische Mitteilungen Krupp Werks-Bericht, Jahrgang 20, 1962, Heft 4, S. 181-190
- TOFAUTE, W. Technische Mitteilungen Krupp, Band 11, 1956, Nr. 3, S. 54-59
- TOFAUTE, W. Techn. Mitt. Krupp, Werks-Bericht 1962, Nr. 20, S. 181

- | | |
|------------------|-------------------------------------|
| UHLIG, H. H. | UHLIG, H. H. The Corrosion |
| MEARS, R. B. | Handbook, S. 20, |
| | New York: John Wiley and Sons Inc., |
| | London: Chapman and Hall Ltd., |
| | 1948 |
| UHLIG, H. H. | The Corrosion Handbook |
| | New York: John Wiley and Sons Inc., |
| | London: Chapman and Hall Ltd., |
| | 1948 |
| UHLIG, H. H. | Techn. Publ. Nr. 1050 |
| WULFF, J. | Metals Techn. 6 (1939) Nr. 1 |
| WEIKART, P. | Werkstoffkunde für Zahnärzte, |
| | Hanser Verlag 1966 |
| WINKLER, C. | Zbl. Chir. 1952, S. 665 |
| WRIGHT, J. K. | J. Bone Surg., 1956, |
| AXON, H. J. | Nr. 38 B, S. 745 |
| VENABLE, C. S. | J. Bone Surg., 1948, |
| STUCK, W. G. | Nr. 30 A, S. 247 |
| VEREIN DEUTSCHER | Stahl-Einsatz-Liste 430-65, |
| EISENHÜTTENLEUTE | 1965 |

DANKSAGUNG

An dieser Stelle möchte ich mich bei Herrn Prof. Dr. Dr. D. Schlegel für das Interesse bedanken, das er bei Erstellung dieser Arbeit stets gezeigt hat.

Seinem Oberarzt Prof. Dr. Dr. E. Dielert gilt mein Dank für die freundliche Überlassung des Themas, vor allem aber für die intensive Unterstützung und die freundliche und ständige Beratung bei der Bearbeitung.

Herr R. Meier vom Institut für Metallurgie und Werkstoffkunde der Bundeswehrhochschule München-Neubiberg (Direktor Prof. Dr. Ing. K. Heckel), ist mir durch sein Entgegenkommen und seinen fachlichen Beistand mit Rat und Geräten immer zur Seite gestanden.

Diese Arbeit wurde von der Firma BEGO (Bremer Golschlägerei) unterstützt, die das Rohmetall Wironium^R sowie die gußtechnischen Materialien und Hilfsmittel zur Verfügung stellte.

LEBENS LAUF

Am 26. Oktober 1951 wurde ich, Wolfgang Georg Karl Meußgeier, in Hof/Saale als Sohn des Dipl.-Kaufmanns Konrad Meußgeier und dessen Frau Paula, geb. Leiser, geboren.

Nach 4 Jahren Volksschule und anschließendem Besuch des Maria-Theresia-Gymnasiums legte ich 1972 das Abitur in München ab.

Vom Sommer 1972 bis Herbst 1973 leistete ich meinen Wehrdienst in Krailling bei München ab.

Nach einem abgebrochenen 2-semestrigen Studium in Maschinenbau an der Technischen Universität München erlernte ich ab Oktober 1974 den Beruf des Zahntechnikers und legte im Herbst 1978 in München die Gesellenprüfung ab. Im Juni 1978 heiratete ich meine Frau Johanna, geb. Mandl.

Seit November 1978 studiere ich Zahnmedizin in München.

